

Optimierung des Verfahrenssystems der Kalisalzgranulatherstellung

Von der Fakultät für Maschinenbau, Verfahrens- und Energietechnik
der Technischen Universität Bergakademie Freiberg

genehmigte

DISSERTATION

zur Erlangung des akademischen Grades

Doktor-Ingenieur

Dr.-Ing.,

vorgelegt

von	Dipl.-Ing. Stupa Maxym
geboren am	27. Februar 1982 in Alexandria/Ukraine

Gutachter.: Prof. Dr.-Ing. Georg Unland, Freiberg
Prof. Dr.-Ing. Herman Wotruba, Aachen

Tag der Verleihung: 14.02.2014

Vorwort

Die vorliegende Arbeit entstand während meiner Tätigkeit als Forschungsstudent am Institut für Aufbereitungsmaschinen der Technischen Universität Bergakademie Freiberg.

Mein besonderer Dank gilt Herrn Prof. Dr.-Ing. Georg Unland für die Bereitstellung des Forschungsthemas und seine wertvollen Hinweise und Ratschläge, die zum Gelingen der Arbeit beitrugen.

Herrn Prof. Dr.-Ing. H. Wotruba danke ich für die freundliche Übernahme der Korreferate und das Interesse an dieser Arbeit.

Herrn Dr.-Ing. Ralf Wollenberg danke ich ganz herzlich für seine ständige Hilfsbereitschaft und fachliche Unterstützung bei der Durchführung dieser Arbeit über die ganze Zeit meines Promotionsstudiums.

Herrn Dr.-Ing. K. Meltke, Herrn Dr.-Ing. T. Folgner, Herrn Dr.-Ing. H. Günter und Herrn Dr.-Ing. O. Popov danke ich herzlich für viele klärenden Diskussionen und die Hilfe bei der abschließenden Bearbeitung dieser Arbeit.

Ich danke auch Frau Bettina Günter für ihre wertvollen Hinweise und Anregungen.

Für die vielfältige Unterstützung und das gute Arbeitsklima möchte ich allen Kollegen des Institutes für Aufbereitungsmaschinen danken.

Für die Unterstützung bei der Umsetzung der Versuchs- und Messtechnik bedanke ich mich bei den Mitarbeitern der mechanischen und der elektronischen Werkstatt.

Besonders danken möchte ich meiner Frau und meiner Familie, die mich bei meiner Arbeit jederzeit unterstützt haben.

*„Die Straße gleitet fort und fort,
weg von der Tür, wo sie begann,
weit über Land, von Ort zu Ort,
ich folge ihr, so gut ich kann.“*

J.R.R. Tolkien

Inhaltsverzeichnis

Inhaltsverzeichnis	IV
Abbildungsverzeichnis	VI
Tabellenverzeichnis	X
Symbolverzeichnis	XII
1 EINFÜHRUNG	1
2 STAND DER ERKENNTNISSE ZUR KALISALZGRANULATHERSTELLUNG	2
2.1 ANLAGEN ZUR HERSTELLUNG VON KALIGRANULAT	2
2.2 HERSTELLUNG VON KALISALZPRESSLINGEN.....	3
2.3 ZERKLEINERUNGSMETHODEN FÜR KALISALZPRESSLINGE	7
2.4 KLASSIERUNG DER ZERKLEINERTEN KALISALZPRESSLINGE.....	13
2.5 ANLAGENVARIANTEN DES KOMPAKTIER-/ZERKLEINERUNGS- VERFAHRENS	15
3 SYSTEMBETRACHTUNG ZUR KALISALZGRANULATHERSTELLUNG	16
3.1 SYSTEMELEMENTE	16
3.2 STOFFLICHE CHARAKTERISIERUNG DES KALISALZES	18
3.3 KOMPAKTIERPROZESS	19
3.4 ZERKLEINERUNGSPROZESS.....	21
4 PRÄZISIERUNG DER AUFGABENSTELLUNG	22
5 EXPERIMENTELLE UNTERSUCHUNGEN ZUR KALISALZGRANULATHERSTELLUNG	24
5.1 CHARAKTERISIERUNG DES VERSUCHSMATERIALS	24
5.2 BESCHREIBUNG DER VERSUCHSGERÄTE.....	32
5.3 MATHEMATISCH-STATISTISCHE VERSUCHSPLANUNG	37
5.4 VORVERSUCHE.....	45
5.4.1 ZIELSTELLUNG	45
5.4.2 VERSUCHSABLAUF UND VERSUCHSDURCHFÜHRUNG	47
5.4.3 ZUSAMMENFASSENDE BEWERTUNG	62
5.5 EINZELMODELL ZUR KOMPAKTIERUNG.....	64
5.5.1 VORBEMERKUNGEN	64
5.5.2 MODELLAUFSTELLUNG	65
5.5.3 MODELLBEWERTUNG	69
5.5.4 ZUSAMMENFASSENDE BEWERTUNG	83

5.6	KOMPLEXMODELL ZUR KOMPAKTIERUNG UND ZERKLEINERUNG	86
5.6.1	VORBEMERKUNGEN	86
5.6.2	MODELLAUFSTELLUNG	87
5.6.3	MODELLBEWERTUNG	93
5.6.4	ZUSAMMENFASSENDE BEWERTUNG	113
6	VERFAHRESENTWICKLUNG DER GRANULAT-NACHBEHANDLUNG FÜR SYLVIN ROT (USA)	115
7	ANWENDUNG DER MODELLIERUNGSERGEBNISSE ZUR OPTIMIERUNG DER GRANULATHERSTELLUNG FÜR SYLVIN ROT (USA)	118
8	ZUSAMMENFASSUNG	122
	LITERATURVERZEICHNIS	124
	ANLAGENVERZEICHNIS	128
	ANHANG A	165

Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1-1: Vereinfachtes Schema der Kaligranulatherstellung	1
Abbildung 2-1: Walzenpresse [17]: 1 – Pressenrahmen; 2 – Hydraulikzylinder; 3 – Schneckenbeschickung; 4 – Walzenspaltmessung; 5 – Reduziergetriebe mit Zweiwellenabtrieb; 6 – Bogenzahnkupplungen für radialen Ausgleich; 7 – Flexible Kupplung, Anlaufkupplung, Sicherheitskupplung; 8 – Walzenantrieb; 9 – Presskraft-Hydraulik; 10 – Automatische Zentralschmierung	2
Abbildung 2-2: Walzen: (a - Segmente; b - Vollwalzen; c - Walzenringe)	3
Abbildung 2-3: Schlagkreuzmühle (A), Hammermühle (B), Schlagstiftmühle (C) [36]	7
Abbildung 2-4: Prallbrecher a) und Hammerbrecher mit Siebrost b) [41, 47, 15]	9
Abbildung 2-5: Systematik zur Prallbeanspruchung [33, 23, 47].	10
Abbildung 2-6: Schlag (schnelle Druckbeanspruchung) [23] und Reibung [14]	10
Abbildung 2-7: Cage-Paktor im geöffneten Zustand und schematische Darstellung der Wirkungsweise [10]	11
Abbildung 2-8 : Walzenbrecher zur Vorzerkleinerung [30, 34]	12
Abbildung 2-9: Spezifischer Durchsatz auf Stößelschwingsieben in Abhängigkeit von der Trennkorngröße, bezogen auf eine Sieblänge von 1,5 m [33]	13
Abbildung 2-10: Schematische Darstellung eines Zwei-Deck-Vibrationssiebes [27]	14
Abbildung 2-11 : Bekannte Varianten des Gesamtverfahrens zur Kaligranulatherstellung [46].	15
Abbildung 3-1: Black-Box	16
Abbildung 3-2 : System «Hydraulische Stempelpresse» (Herstellung von Kalisalzpresslingen)	19
Abbildung 3-3 : System «Hammerbrecher» (Kaliksalzgranulatherstellung)	21
Abbildung 5-1 : Flotationskonzentrat K60 – Sylvin Rot (links) und Sylvin Weiß (rechts)	24
Abbildung 5-2 : Korngrößenverteilung für Sylvin Rot und Sylvin weiß [20]	24
Abbildung 5-3 : Stereomikroskopaufnahme des Versuchsmaterials – Sylvin Rot (USA), Originalkörnung	26
Abbildung 5-4 : Kornarten des Versuchsmaterials	26
Abbildung 5-5 : Korngrößenverteilung des Versuchsmaterials nach der Homogenisierung	27
Abbildung 5-6 : REM - Aufnahme der Oberfläche des einzelnen Kornes (Sylvin Rot (USA)) ...	28
Abbildung 5-7 : REM - chemische Analyse, Sylvin Rot (USA)	29
Abbildung 5-8 : Laborversuche mit Salzproben unterschiedlichen Amingehaltes [42]	30

Abbildung 5-9 : Hydraulische Stempelpresse 100T [45]	32
Abbildung 5-10 : Vorwärmofen [45].....	33
Abbildung 5-11 : Schematische Darstellung des Press- (a) und Ausstoßvorganges (b) bei konischem Auslauf der Pressform.....	34
Abbildung 5-12 : Rotorflügelmühle Record A für die Presslingszerkleinerung [45]	34
Abbildung 5-13 : Schlagnasenmühle [45]	35
Abbildung 5-14 : Hammermühle Unirotor 490/380 mit Beschickungseinheit [125].....	35
Abbildung 5-15 : a – Scheibenmühle (im Vordergrund das eigentliche Mahlorgan mit Flügelschraube und Kontermutter zur Spalteinstellung) [45], b – Prinzipskizze der Scheibenmühle [16]	36
Abbildung 5-16 : Zentral zusammengesetzter Versuchsplan mit 3 Faktoren [31].....	39
Abbildung 5-17 : Eckenvernachlässigung bei zentral zusammengesetzten Versuchsplänen (zweidimensionale Problembetrachtung) [50]	42
Abbildung 5-18 : Schema der Kalisalzpresslingsherstellung mit der hydraulischen Stempelpresse	47
Abbildung 5-19 : Schematische Darstellung des Presslings	49
Abbildung 5-20 : Versuchsplantabelle SVP Nr. 1	50
Abbildung 5-21 : Versuchsgruppendiagramm (FG 7) der besten Ergebnisse für das FP Nr. 1	56
Abbildung 5-22 : Stereomikroskopaufnahme Sylvin Rot (USA), mit Schlagnasenmühle aktiviert	58
Abbildung 5-23 : Bestwerte für die Granulatausbeuten in den Versuchsgruppen (FP Nr. 3)	59
Abbildung 5-24 : Bestwerte für die Granulatausbeuten in den Versuchsgruppen (FP Nr. 4).....	60
Abbildung 5-25 : Systemmodell.....	64
Abbildung 5-26 : Versuchsplantabelle SVP Nr. 2.....	66
Abbildung 5-27 : Druckfestigkeit über Presstemperatur, 1 s Pressdauer	70
Abbildung 5-28 : Druckfestigkeit über Presstemperatur, 2 s Pressdauer	70
Abbildung 5-29 : Druckfestigkeit über Presstemperatur, 3 s Pressdauer	71
Abbildung 5-30 : Druckfestigkeit über Pressdruck, 1 s Pressdauer	72
Abbildung 5-31 : Druckfestigkeit über Pressdruck, 2 s Pressdauer	72
Abbildung 5-32 : Druckfestigkeit über Pressdruck, 3 s Pressdauer	73
Abbildung 5-33 : Rohdichte über Presstemperatur, 1 s Pressdauer	74
Abbildung 5-34 : Rohdichte über Presstemperatur, 2 s Pressdauer	74
Abbildung 5-35 : Rohdichte über Presstemperatur, 3 s Pressdauer	75
Abbildung 5-36 : Rohdichte über Pressdruck, 1 s Pressdauer.....	76
Abbildung 5-37 : Rohdichte über Pressdruck, 2 s Pressdauer.....	76

Abbildung 5-38 : Rohdichte über Pressdruck, 3 s Pressdauer.....	77
Abbildung 5-39 : Biegefestigkeit über Presstemperatur, 1 s Pressdauer.....	78
Abbildung 5-40 : Biegefestigkeit über Presstemperatur, 2 s Pressdauer.....	78
Abbildung 5-41 : Biegefestigkeit über Presstemperatur, 3 s Pressdauer.....	79
Abbildung 5-42 : Biegefestigkeit über Pressdruck, 1 s Pressdauer.....	80
Abbildung 5-43 : Biegefestigkeit über Pressdruck, 2 s Pressdauer.....	80
Abbildung 5-44 : Biegefestigkeit über Pressdruck, 3 s Pressdauer.....	81
Abbildung 5-45 : Besonderheiten des Funktionsverhaltens für die Biegefestigkeit	84
Abbildung 5-46 : Komplexmodell zur Kalisalzgranulatherstellung.....	86
Abbildung 5-47 : Granulatausbeute 2-4 mm und Abriebfestigkeit in Abhängigkeit von der Presstemperatur	95
Abbildung 5-48 : Granulatausbeute 2 – 4 mm und Abriebfestigkeit in Abhängigkeit vom Pressdruck	97
Abbildung 5-49 : Granulatausbeute 2 – 4 mm und Abriebfestigkeit in Abhängigkeit von der Presslingshöhe.....	99
Abbildung 5-50 : Granulatausbeute 2-4 mm über Pressdruck p, Presstemperatur ϑ [ϑ_p] als Parameter, Presslingshöhe h [h_p] = 10 mm	101
Abbildung 5-51 : Granulatausbeute 2–4 mm über Pressdruck p, Presstemperatur ϑ [ϑ_p] als Parameter, Presslingshöhe h [h_p] = 15 mm	102
Abbildung 5-52 : Granulatausbeute 2-4 mm über Pressdruck p, Presstemperatur ϑ [ϑ_p] als Parameter, Presslingshöhe h [h_p] = 20 mm	103
Abbildung 5-53 : Granulatausbeute 2-4 mm über Presslingshöhe h [h_p], Presstemperatur ϑ [ϑ_p] als Parameter	103
Abbildung 5-54 : Abriebfestigkeit über Presslingshöhe h [h_p], Presstemperatur ϑ [ϑ_p] als Parameter	104
Abbildung 5-55 : Granulatausbeute 2-4 mm in Abhängigkeit von Rotorumfangsgeschwindigkeit v [v_{um}] und Spaltweite des Austragssiebes s [s_R]	107
Abbildung 5-56 : Abriebfestigkeit in Abhängigkeit von Rotorumfangsgeschwindigkeit v [v_{um}] und Spaltweite des Austragssiebes s [s_R]	108
Abbildung 5-57 : Granulatausbeute 2-4 mm über Rotorumfangsgeschwindigkeit v [v_{um}], Spaltweite des Austragssiebes s [s_R] als Parameter	109

Abbildung 5-58 : Granulatausbeute 2-4 mm über Spaltweite des Austragssiebes $s [s_R]$, Rotorumfangsgeschwindigkeit $v [v_{um}]$ als Parameter	110
Abbildung 5-59 : Abriebfestigkeit über Rotorumfangsgeschwindigkeit $v [v_{um}]$, Spaltweite des Austragssiebes $s [s_R]$ als Parameter	111
Abbildung 5-60 : Abriebfestigkeit über Spaltweite des Austragssiebes $s [s_R]$, Rotorumfangsgeschwindigkeit $v [v_{um}]$ als Parameter	112
Abbildung 6-1 : Granulatqualität vor und nach der Nachbehandlung. (Die Granulattrocknung erfolgte im Ofen bei 90 °C über 90 Minuten.).....	116
Abbildung 6-2 : Granulatabriebfestigkeit in Abhängigkeit von der Trommeldrehzahl für die zwei Trocknungsmethoden des Granulates.	117
Abbildung 7-1 : Anlagenschema zur Kalisalzgranulatherstellung ohne Vorbrecher mit zwei gleichen Hammerbrechern	118
Abbildung 7-2 : Granulatproduktion 2-4 mm in Abhängigkeit von der Presslingshöhe. (Kreislaufberechnung nach Schema in Abbildung 7-1).....	120
Abbildung 7-3 : Granulatproduktion 1-4 mm in Abhängigkeit von der Presslingshöhe. (Kreislaufberechnung nach Schema in Abbildung 7-1).....	121
Abbildung 0-1 : Siebmaschine Retsch VE 1000 [45].....	165
Abbildung 0-2 : Feuchtebestimmer M35 Sartorius [45]	165
Abbildung 0-3: Mikrohärteprüfer HMT-2000 [43]	166
Abbildung 0-4 : Prüfprinzip nach Vickersmethode.....	167
Abbildung 0-5 : Mehrfunktions-Prüfstand für die Bestimmung der Druck-, Biege- und Zugfestigkeit [45].....	168
Abbildung 0-6 : Gerät zur Dichtebestimmung [20].....	168
Abbildung 0-7 : Gesamte Abriebtestvorrichtung (links) und Prüfsieb mit Stahlkugeln (rechts) [20]	169

Tabellenverzeichnis

Tabelle 2-1: Typische Kompaktierparameter bei der Sylvinverpressung [33].....	4
Tabelle 2-2: Richtwerte für Prall- und Hammerbrecher [33, 41]	8
Tabelle 2-3: Abmaße und Betriebsparameter von Rotorprallmühlen [33].....	8
Tabelle 2-4 : Typische Ausführungsdaten eines Vorbrechers für Durchsätze von ca. 120 t/h [46]	12
Tabelle 5-1 : Qualitätsvergleich der Presslinge	25
Tabelle 5-2 : Technische Daten der Stempelpresse 100T	33
Tabelle 5-3 : Technische Daten des Hammerbrechers [20]	35
Tabelle 5-4 : Versuchsanzahl für zwei unterschiedliche Arten von Versuchsplänen [50].....	38
Tabelle 5-5 : Sternpunktastand in Abhängigkeit von der Faktorenanzahl	41
Tabelle 5-6 : Planmatrix eines zentral zusammengesetzten Versuchsplanes mit zwei Einflussgrößen.....	43
Tabelle 5-7 : Einfluss- und Zielgrößen der statistischen Versuchspläne	46
Tabelle 5-8 : Ausgangsbedingungen zur Durchführung der Pressvorversuche	47
Tabelle 5-9 : Einfluss- und Zielgrößen für SVP Nr. 1.....	48
Tabelle 5-10 : Niveaustufen der Einflussgrößen für SVP Nr. 1	49
Tabelle 5-11 : Modellkoeffizienten (transformiert), SVP Nr. 1	51
Tabelle 5-12 : Modellkoeffizienten (rücktransformiert), SVP Nr. 1	52
Tabelle 5-13 : Mittels Regression optimierte Modellkoeffizienten (rücktransformiert), SVP Nr. 1	53
Tabelle 5-14 : Modellgüten für die Zielgrößen (SVP Nr. 1).....	53
Tabelle 5-15 : Ausgerechnete Agglomerationsbedingungen für die Presslingsherstellung (SVP Nr. 1).....	55
Tabelle 5-16 : Agglomerationsbedingungen für die Herstellung der Vorversuchspresslinge nach FP Nr. 2 ($\sigma_{\text{biege}} = 7 \text{ MPa}$, entnommen dem Modell von SVP Nr. 1)	55
Tabelle 5-17 : Niveauwerte der Einflussgrößen für SVP Nr. 2.....	65
Tabelle 5-18 : Modellkoeffizienten (transformiert), SVP Nr. 2	67
Tabelle 5-19 : Modellkoeffizienten (rücktransformiert), SVP Nr. 2	67
Tabelle 5-20 : Mittels iterativer Regression optimierte Modellkoeffizienten (rücktransformiert), SVP Nr. 2.....	68
Tabelle 5-21 : Modellgüten für die Zielgrößen (SVP Nr. 2).....	69
Tabelle 5-22 : Optimale Parameterkonstellationen des Kompaktierprozesses	82
Tabelle 5-23 : Zielgrößenwerte bei optimalen Kompaktierbedingungen.....	82

Tabelle 5-24 : Einflussgrößen des Versuchsplanes (SVP Nr. 3)	87
Tabelle 5-25 : Zielgrößen des Versuchsplanes (SVP Nr. 3)	88
Tabelle 5-26 : Niveauwerte der Einflussgrößen (SVP Nr. 3)	88
Tabelle 5-27 : Modellkoeffizienten (transformiert), SVP Nr. 3	90
Tabelle 5-28 : Modellkoeffizienten (rücktransformiert), SVP Nr. 3	91
Tabelle 5-29 : Modellkoeffizienten nach der Regressionsoptimierung, SVP Nr. 3	92
Tabelle 5-30 : Bestimmtheitsmaß (Modellgüte) der Zielfunktionen, SVP Nr. 3	93
Tabelle 5-31 : Äquivalente Symbolbezeichnung in "Mathcad"	94
Tabelle 5-32 : Veränderung des Über- und Unterkornanteiles in Abhängigkeit von der Presstemperatur	96
Tabelle 5-33 : Veränderung des Über- und Unterkornanteiles in Abhängigkeit vom Pressdruck.	98
Tabelle 5-34 : Veränderung des Über- und Unterkornanteiles bei steigender Presslingshöhe	100
Tabelle 5-35 : Maximale Zielgrößenwerte bei getrennter Optimierung.....	106
Tabelle 5-36 : Veränderung des Über- und Unterkornanteiles in Abhängigkeit von der Spaltweite des Brecherrostes $s [s_R]$ ($v [v_{um}] = 25 \text{ m/s}$)	110
Tabelle 7-1 : Durchsatz und Granulatausbeuten in Abhängigkeit von der Presslingshöhe für Sylvin Rot (USA) [34]	119
Tabelle 8-1 : Die maximale berechnete Zielgrößenänderung bei der Variation nur einer Einflussgröße, wobei alle anderen Einflussgrößen auf dem 0-Niveau festgestellt sind	123
Tabelle 0-1 : Parameter und verwendete Geräte des Abriebtestes	170

Symbolverzeichnis

Symbol	Bezeichnung	Einheit
\dot{V}_S	Volumetrischer Durchsatz	[m ³ /h]
$\bar{\hat{y}}$	Mittelwert aus den Funktionswerten, die allen Versuchspunkten zugehörig sind	[–]
$\hat{y}_{n,i}$	Funktionswert des n-ten Versuches	[–]
\bar{y}	Mittelwert aus allen experimentell bestimmten Werten einer Zielgröße im Versuchsplan	[–]
\hat{y}	allgemeine Bezeichnung der Modellgleichung einer Zielgröße	[–]
d	Ausgangskorngrößen	[mm]
1/c*	Korrekturwert	[–]
A	Siebfläche	[m ²]
a _n	Glied n in einer Zahlenfolge	[–]
Anz _{B,i}	Anzahl der Blöcke	[–]
b _i	Koeffizient des linearen Polynomgliedes i	[–]
b _{ii}	Koeffizient des quadratischen Polynomgliedes ii	[–]
b _{ij}	Koeffizient des bilinearen Polynomgliedes ij	[–]
B _{WP}	Blockgröße der Niveaus -1 und +1 für die Spalte des Faktors i der Planmatrix bezogen auf die Würfelpunkte eines zentral zusammengesetzten Versuchsplanes	[–]
D	Walzendurchmesser	[m]
d ₅₀	mittlere Korngröße	[mm]
D _p	Presslingsdurchmesser	[mm]
d _v	Arithmetischer Mittelwert der beiden Diagonalenlängen d ₁ und d ₂ (siehe Abbildung 0-4)	[mm]
F	Prüfkraft	[N]
h _A	Spaltweite	[mm]
HE _i	Haupteffekt	[–]
h _p	Presslingshöhe	[mm]
h _s	Presslingshöhe	[mm]
HV	Vickershärte	[N/mm ²]
k	Anzahl der Einflussgrößen	[–]
m ₁	Gewicht des Presslings an der Luft	[g]
m ₂	Gewicht des Presslings an der Luft, nachdem es in der Flüssigkeit getränkt und so die Poren mit Flüssigkeit ausgefüllt und verschlossen wurden	[g]

m_3	Gewicht des Presslings in der Flüssigkeit	[g]
m_A	Aufgabemenge	[–]
m_{np}	Gesamtgewicht der Presslinge vor der Zerkleinerung	[g]
m_{PG}	Gewicht des Pressgutes	[g]
n	Drehzahl	[min ⁻¹]
n	Anzahl der Niveaustufen	[–]
N	Versuchsanzahl	[–]
N_0	Zentralpunktversuch	[–]
n_p	Presslingsanzahl pro Versuch	[–]
N_{St}	Anzahl der Sternpunktversuche	[–]
N_W	Anzahl der Würfelpunktversuche	[–]
p	Pressdruck	[MPa]
p_x	spezifischer Pressdruck	[kN/cm]
q_0	Vordruck	[MPa]
$R_{0,5}$	Abriebfestigkeitswert, bestimmt mit Prüfsieb der Maschenweite 0,5 mm	[%]
$R_{0,5_min/max}$	Minimaler/Maximaler Wert der mit Hilfe des Modells berechneten Abriebfestigkeit (bei der Variation nur einer Einflussgröße und alle andere stehen auf 0-Niveau fest)	[%]
R_{10}	Abriebfestigkeit von Presslingen, bezogen auf das 10-mm-Rundlochsieb	[%]
R^2	quadratischer Korrelationskoeffizient (Bestimmtheitsmaß)	[–]
R_{30}	Abriebfestigkeit von Presslingen, bezogen auf das 30-mm-Rundlochsieb	[%]
R_{sqr}	Güte des Modells	[–]
S	oberer Kreisflächeninhalt der Presslinge	[–]
s	Standardabweichung	[–]
s_n	Summe aus einer Zahlenfolge mit n Gliedern	[–]
S_R	Rostspalt	[mm]
t_p	Pressdauer	[s]
u_R	Drehzahl	[min ⁻¹]
V	Variationskoeffizient	[%]
v_{um}	Umfangsgeschwindigkeit	[m/s]
WW_{ij}	Wechselwirkungseffekt	[–]
X	Transformierte Einflussgröße	[–]
x	untransformierte Einflussgröße	[–]
$x_{+1/-1, i}$	Reale Werte für Stufenniveaus +1 beziehungsweise -1 der Einflussgröße i	[–]

X_0	konstantes Glied im Polynom, Wert 1	[–]
X_i	Variable der Einflussgröße i beziehungsweise lineares Glied i im transformierten Polynom	[–]
x_i	Variable der Einflussgröße i beziehungsweise lineares Glied i im rücktransformierten Polynom	[–]
X_i^*	Korrigiertes quadratisches Glied i im transformierten Polynom	[–]
$x_{m,i}$	Wert des 0-Niveaus der Einflussgröße i	[–]
$x_{m,i}$	Wert des 0-Niveaus (Mitte des Variationsbereiches) der Einflussgröße i	[–]
$x_{o,i}$	obere Variationsbereichsgrenze der i-ten Einflussgröße	[–]
$x_{u,i}$	untere Variationsbereichsgrenze der Einflussgröße i	[–]
Y	Zielfunktionsbezeichnung in Diagrammdarstellungen	[–]
y	Zielgröße	[–]
y_n	experimentell gewonnener Zielgrößenwert des n-ten Versuches	[–]
z	Anzahl an Kreislaufrückführungen	[–]
Z_{1-3}	Zerkleinerungsausbringen (Fraktion 1 bis 3 mm)	[%]

Griechische Buchstaben

α	Sternpunktastand	[–]
α_E	Einzugswinkel	[°]
α_g	Grenzwinkel	[°]
α_p	Winkel zwischen gegenüberliegenden Flächen des pyramidenförmigen Eindringkörpers (136°)	[°]
α_v	elastischer Verformungswinkel	[°]
α_w	Walzwinkel	[°]
Δ	Differenz	[–]
ε	absoluter Fehler der Bestimmung	[%]
ε_{rel}	relativer Fehler	[%]
ε_v	Volumenanteil einer Phase	[%]
ε_{VF}	Raumerfüllungsgrad	[%]
ε_{VH}	Volumenanteil der Ungängen	[%]
ϑ_p	Presstemperatur	[°C]
ρ	Dichte	[g/cm ³]
ρ_f	Dichte der Flüssigkeit, die zur Dichtebestimmung verwendet wird	[g/cm ³]

ρ_{rein}	Reindichte	[g/cm ³]
ρ_{roh}	Rohdichte	[g/cm ³]
$\rho_{\text{schütt}}$	Schüttdichte	[g/cm ³]
σ	Streuungsparameter der Korngröße der Minerale	[–]
σ_{biege}	Biegefestigkeit von Presslingen	[MPa]
σ_{p}	Druckfestigkeit von Presslingen	[MPa]
ϕ	Formfaktor	[–]
$\Psi_{</>x}$	Masseanteil der Fraktion kleiner/größer als die Kornbandbreite x	[%]
$\psi_{>x}^{z+1}$	Überkornanteil für die z-te Kreislaufrückführung	[%]
Ψ_x	Masseanteil der Granulatfraktion x	[%]
ψ_x^K	Kreislauf-Granulatausbeute der Kornbandbreite x	[%]

Abkürzungen

EG	Einflussgrößen
ESTA	Elektronen stimulierte Adsorption
K ⁺	Kalium-Ion
KCl	Kaliumchlorid (Sylvin)
MAX	Maximalwert
MIN	Minimalwert
MW	Mittelwert
NaCl	Natriumchlorid (Steinsalz, Halit)
NPK	Bestandteile von Mehrstoffdünger Stickstoff (N), Phosphat (P) und Kalium (K)
PTC	Parametric Technology Corporation
SNM	Schlagnasenmühle
SVP	Statistische Versuchsplanung
ZG	Zielgrößen

1 EINFÜHRUNG

Kalium hat eine große Bedeutung als Pflanzennährstoff und findet auch fast ausschließlich in der Agrarwirtschaft Verwendung. Die zunehmende Industrialisierung der Landwirtschaft auch in den Entwicklungsländern und der verstärkte Anbau von relativ anspruchsvollen Energiepflanzen haben dem Markt für Kaliumprodukte einen positiven Grundtrend auferlegt. Kaliumchlorid, als Düngemittel abgekürzt Kali genannt, kommt als Salzmineral (Sylvin) vor und wird bergmännisch gewonnen. Das Kali fällt nach der Gewinnung und Aufbereitung feinkörnig an. Aber für das Verstreuen auf den Feldern werden granuliert Düngemitteln benötigt. Der größte Teil des Kaligranulates wird bislang nach dem besonders leistungsfähigen Kompaktier-Granulierungs-Verfahren hergestellt [13, 22].

Die Kompaktier-Granulierung von Kaliumchlorid ist ein bedeutungsvolles Verfahren (siehe Abbildung 1-1) zur industriellen Herstellung von Kalidünger. In der Praxis werden die Prozesse Kompaktierung und Zerkleinerung als gemeinsamer Kreislauf, der so genannte Granulierkreislauf, realisiert. Der Zerkleinerungsprozess innerhalb des Kreislaufes ist ein- oder meist mehrstufig. Bei der Planung und Ausrichtung der Granulierkreisläufe spielen die optimierten maschinentechnischen als auch stofflichen Ausgangsbedingungen eine große Rolle.

Das Ziel der Arbeit ist die Optimierung der Kompaktier-Granulierung für Kalisalz auf der Basis mathematisch-statistischer Modelle. Die Zielgrößen sind die Granulatausbeute im Kornspektrum von 2-4 mm sowie die Granulatfestigkeit.

Es wird geprüft, ob die Modellierung durch Vereinigung eines separaten Kompaktiermodells und eines separaten Zerkleinerungsmodells realisiert werden kann, oder ein globales Modell für das Gesamtverfahren zu erstellen ist. Als Versuchsmaterial wird ein problematisches Kalisalz ausgewählt, mit dem bislang unter industriellen Bedingungen keine zufriedenstellenden Granulierergebnisse erzielt werden konnten.

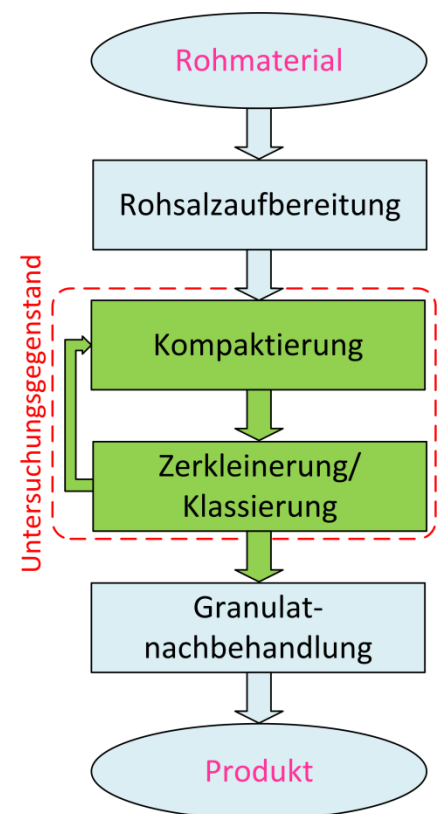


Abbildung 1-1: Vereinfachtes Schema der Kaligranulatherstellung

2 STAND DER ERKENNTNISSE ZUR KALISALZGRANULATHERSTELLUNG

2.1 ANLAGEN ZUR HERSTELLUNG VON KALIGRANULAT

In der Düngemittelindustrie gibt es bislang zwei Hauptverfahren zur Granulierung. Das eine ist das Kompaktier-/Zerkleinerungs-Verfahren und das andere ist das Aufbaugranulierungs-Verfahren. Kaliumchlorid-Dünger werden vorwiegend durch Kompaktierung/Zerkleinerung granuliert. Im Weiteren werden die verwendeten Maschinen für dieses Verfahren vorgestellt. Bei der Kompaktierung wird das Kalisalz durch eine Stopfschnecke in den Einzugsbereich zweier gegenläufig rotierender Walzen gepresst (siehe Abbildung 2-1). Die resultierenden Presslinge (Folien) werden danach einer Prallmühle zugeführt (Bauartähnlich wie Abbildung 2-4), um sie auf die gewünschte Granulatgröße zu zerkleinern. Die Mühle ist Bestandteil eines Mahl-Sieb-



Abbildung 2-1: Walzenpresse [17]: 1 – Pressenrahmen; 2 – Hydraulikzylinder; 3 – Schneckenbeschickung; 4 – Walzenspaltmessung; 5 – Reduziergetriebe mit Zweiwellenabtrieb; 6 – Bogenzahnkupplungen für radialen Ausgleich; 7 – Flexible Kupplung, Anlaufkupplung, Sicherheitskupplung; 8 – Walzenantrieb; 9 – Presskraft-Hydraulik; 10 – Automatische Zentralschmierung

Kreislaufes (siehe Anlage 1). Aus diesem Mahl-Sieb-Kreislauf wird das Gutkorn fortlaufend ausgeführt, während das Überkorn in die Mühle zurückgegeben wird. Das Unterkorn wird in die Presse zurückgeführt. Strenggenommen ist der Begriff Mühle nicht ganz richtig - obgleich dieser in der Praxis verwendet wird - der Begriff Brecher ist aus technischer Sicht passender (wie Kapitel 2.3 und Kapitel 2.5).

2.2 HERSTELLUNG VON KALISALZPRESSSLINGEN

Von zentraler Bedeutung für den Betrieb einer Kompaktier-/Zerkleinerungs-Anlage ist der Kompaktiervorgang (siehe Anlage 2), der mit Walzenpressen technisch realisiert wird. Der Aufbau einer Walzenpresse geht aus der Abbildung 2-1 hervor. Man erkennt, dass sich die Walzenpresse hauptsächlich aus folgenden Baugruppen zusammensetzt:

- dem Rahmen,
- den Walzen mit Presswerkzeugen und Anpresshydraulik,
- der Materialzufuhreinrichtung,
- dem Antrieb.

Die Gehäuse der Wälzlager ruhen im Rahmen. Die Wälzlager, in denen die Walzen lagern, sind vorteilhafter Weise als Pendelrollenlager ausgeführt. Die Walzen bestehen aus einem Kern, auf dem die Presswerkzeuge in Form von geschlossenen Ringen oder Segmenten durch Aufschumpfen bzw. Aufschrauben befestigt sind. Die Oberfläche der Presswerkzeuge kann zum

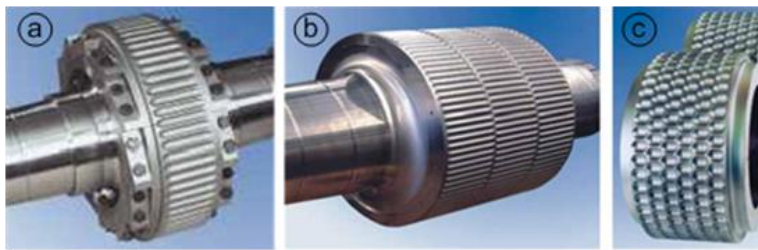


Abbildung 2-2: Walzen: (a - Segmente; b - Vollwalzen; c - Walzenringe)

Zwecke der Kompaktierung glatt oder profiliert sein (siehe Abbildung 2-2, Anlage 3) [53]. Die Presswalzen sind in der Regel horizontal angeordnet, wobei eine der

Walzen beweglich gelagert ist. Sie werden bei einem Durchmesser

von 300 bis 1500 mm und Arbeitsbreiten von 200 bis 1500 mm mit Umfangsgeschwindigkeit von 0,3 bis 1,6 m/s betrieben. Große Pressen erreichen dabei einen Durchsatz bis zu 125 t/h. Eine vertikale Walzenanordnung mit horizontaler Gutzufuhr ist auch möglich. Mit Hilfe spezieller Vorrichtungen – den so genannten Herzstücken – wird der Walzenspalt abgedichtet und gleichzeitig ein Druckraum erzeugt, so dass Folienausbeuten bis zu 95% erzielt werden können [49].

In Tabelle 2-1 sind typische Betriebsbedingungen für das entlüftungsgerechte Pressen von Sylvin dargestellt.

Tabelle 2-1: Typische Kompaktierparameter bei der Sylvinverpressung [33]

Spezifische Presskraft (Walzendurchmesser von 1000 mm, 120-140 °C)	50 kN/cm
Partikelgröße	< 1 mm
Wassergehalt	trocken
Umfangsgeschwindigkeit	0,7 m/s
Ausbildung der Walzenoberfläche	Waffelung
Walzendurchmesser	1000 mm
Walzenbreite	1250 mm

Mit Hilfe der Walzenpressen erfolgt eine Verpressung des Rohsalzes zu plattigen Presslingen hoher Festigkeit. Dieses findet bei Kalisalzen im trockenen Zustand mit hohem spezifischem Druck und fast ausnahmslos ohne Bindemittelzugabe statt, da Kalisalze ausreichend druckplastisch sind. Für das Erreichen einer dichten Packung durch die Kompaktierung ist es vorteilhaft, wenn das Aufgabematerial mit einer hohen Schüttdichte in einem breiten Kornspektrum vorliegt. Feinanteile und gröbere Fraktionen müssen gleichmäßig vorhanden sein. Bei zu grobem Aufgabematerial wird der Pressvorgang von einer gleichzeitigen Zerkleinerung überlagert. Das erfordert größere Presskräfte und höhere spezifische Antriebsleistungen. Verwendet man zu feinkörniges Aufgabematerial, so kommt es oft in den Förderorganen zu einer starken Belüftung der Produkte, die bis zu extremer Fluidisierung führen kann [40].

Die Verpressung des feinkörnigen Rohsalzes kann in vier etwa gleichzeitig ablaufende Teilvorgänge gegliedert werden (siehe Anlage 2):

- a) Einziehen des Salzes zwischen die Walzen;
- b) Austreiben der im losen Salz enthaltenen Luft;
- c) Zusammenpressen und Verformen der Salzkörner, so dass diese „dicht“ an „dicht“ liegen;
- d) weiteres Zusammenpressen bis zu einer Art Verschweißung der Kornoberflächen.

Zu a): Die Zufuhr von Salz auf die sich entgegengesetzt rotierenden Walzen erfolgt über einen Aufgabeschacht, den man mit Salz gefüllt hält. Günstige Bedingungen beim Einzug des Salzes in den Walzenspalt liegen bei Korngrößen < 1 mm und bei den Walzendurchmessern > 1 m vor. Außerdem fördert ein hoher Aufgabeschacht den Einzug durch Erhöhung des statischen Vordrucks der Salzschüttung. Stand der Technik ist die Verwendung von vertikalen Förderschnecken im Aufgabeschacht, die einen zusätzlichen Vordruck liefern. Der Einsatz von Förderschne-

cken ermöglicht die Nutzung geringer Walzendurchmesser und somit wirtschaftlichere Maschinengrößen [19]. Eine optimale Zufuhr der Salzmenge wird durch Regelung der Schneckendrehzahl erreicht. Weiterhin dienen die Förderschnecken zur Vorentlüftung des Aufgabegutes [40].

Zu b): Bei der Kompaktierung von Kaliumchlorid müssen je t Salz etwa $0,5 \text{ m}^3$ Luft verdrängt werden. Zum Erzielen eines ruhigen Laufs der Presse auch bei hohem Pressdruck wird ein Betriebszustand angestrebt, in dem die Luft im Walzenspalt aus den sich bildenden Presslingen seitlich, das heißt axial, austritt und dann nach unten entweicht. Es entstehen Presslinge in Form von Längsstreifen (vertikale Richtung).

Zu c): Das Entweichen entsprechender Luftmengen ist notwendig, um eine dichte Teilchenpackung herzustellen. Die fertigen Presslinge sind fast frei von Poren beziehungsweise inneren Oberflächen [19].

Zu d): Zum Entstehen des Zusammenhaltens zwischen den Teilchen des Agglomerates müssen Bindemechanismen wirksam werden, die in der Regel gleichzeitig anzutreffen sind. Vor allem bei Pressagglomeraten wirken diese komplex und vielschichtig zusammen, so dass selbst eine qualitative Bestimmung schwierig ist. Den Bindemechanismen liegen immer elementare Bindekräfte (chemische Bindung, van der Waals-Kräfte und Wasserstoffbrückenbindung) zugrunde [52]. Folgende Bindemechanismen können innerhalb eines trocken gepressten Agglomerates hauptsächlich zur Auswirkung kommen:

- Festkörperbrücken;
- Formschlüssige Verbindungen;
- Bindung zwischen Feststoffteilchen.

Festkörperbrücken können durch Schmelzhaftung an Rauigkeitsspitzen entstehen. Sie tragen im allgemeinen neben den formschlüssigen Verbindungen nur in einem geringen Maße zum Zusammenhalt trockener Pressagglomerate bei. In Kalisalzpresslingen wird ihnen jedoch eine größere Bedeutung beigemessen.

Um eine Bindung zwischen den Feststoffteilchen zu erreichen, kommen Haftkräfte in Form von molekularen Anziehungskräften, elektrostatischen Kräften und chemischen Bindungen zur Geltung. Vor allem die van der Waals-Kräfte, welche zwischen den Molekülen eine Anziehungskraft hervorrufen, sind für den Zusammenhalt des trockenen Pressagglomerates verantwortlich. Für größere Abstände der Teilchen sind diese nahezu wirkungslos. Durch die hohen äußeren Kräfte bei der Walzenpressung erreicht man jedoch minimale Teilchenabstände, und somit können die van der Waals-Kräfte beträchtlich zur Agglomeratfestigkeit beitragen [26].

Das Verdichtungsergebnis – die Folieneigenschaften und die Folienleistung – ist von den grundsätzlichen stofflichen und verfahrenstechnischen Parametern, die für die Kompaktierbarkeit des Materials maßgebend sind, sowie von Maschinendaten und maschinentechnisch bedingten Einflussgrößen abhängig.

2.3 ZERKLEINERUNGSMETHODEN FÜR KALISALZPRESSLINGE

Unter Zerkleinern versteht man die Veränderung des Dispersitätszustandes fester Stoffe durch Überwinden der Bindungskräfte in den Ausgangskörnern, so dass kleinere Körner entstehen [35]. Die Kalisalzpresslinge werden zerkleinert, um eine für Transport, Lagerung und Verteilung günstige Körnung (Korngröße) und Korngrößenverteilung herzustellen, wobei im ausgesiebten Granulat der Staubanteil $< 0,5$ mm einen geforderten Grenzwert nicht übersteigen darf [49]. Die theoretisch-physikalischen Grundlagen der Zerkleinerung sind im Vergleich zur Agglomeration bereits weitaus grundlegender erforscht. Auch existieren hierüber mehrere zusammenfassende systematische Darstellungen, wie z. B. in [41] und [23].

Für die Zerkleinerung der Kalisalzpresslinge werden bevorzugt Prallzerkleinerungsmaschinen verwendet. Ihr Vorteil liegt nicht nur im relativ niedrigen spezifischen Energiebedarf, sondern

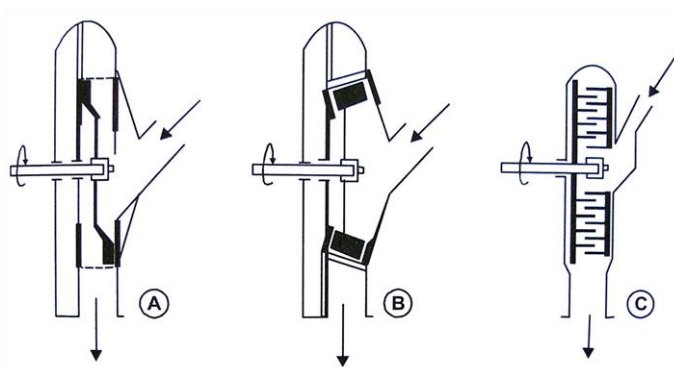


Abbildung 2-3: Schlagkreuzmühle (A), Hammermühle (B), Schlagstiftmühle (C) [36]

auch in der guten Anpassungsfähigkeit an verschiedene Zerkleinerungsaufgaben. Bei großem Durchsatz und geringem Maschinengewicht ist die relativ geringe Störanfälligkeit sowie ein günstiger Kornungsaufbau des Zerkleinerungsproduktes bei vorwiegend kubischer Kornform von Vorteil [14, 33, 41]. Für kleinere Durchsätze findet man Mühlenkonfigurationen gemäß Abbildung 2-3. Unter Berücksichtigung der zu zerkleinernden Presslinge ($\varnothing 50$ mm) und der zu untersuchenden Rotorumfangsgeschwindigkeit (20-25 m/s) sind die in der Arbeit verwendeten Prallzerkleinerungsmaschinen nach Höfl [14], Stieß [41] und Schubert [33] als Brecher klassifiziert worden. Der prinzipielle Aufbau der für die großtechnische Prallzerkleinerung vorrangig verwendeten Prall- und Hammerbrecher ist in der Abbildung 2-4 skizziert.

Die Einteilung von Brechern und Mühlen erfolgt nach der erzeugten Endkorngröße. Bei der Zerkleinerung mit den Brechern liegt die Endkorngröße im groben bis mittleren Größenbereich. Man spricht von Mühlen, wenn die Endkörnung im Fein- oder Feinstbereich liegt. Deswegen muss die Rotorumfangsgeschwindigkeit für die Erreichung solcher Endkorngröße deutlich höher sein (z. B. siehe Tabelle 2-2 und Tabelle 2-3). Prallbrecher und Prallmühle sowie Hammerbrecher und Hammermühle tragen an einem Rotor befestigte Schlagorgane (Prallleiste oder Hammer). Die Hämmer sind gelenkig aufgehängt und strecken sich durch die Fliehkraft. Sie können bei Überlastung durch eine Drehbewegung dem Schlag ausweichen. Die Prallleisten sind fest mit dem Rotor verbunden. Das Gut wird von den Schlagorganen gegen Prallplatten und dann gegen

einen Rost (Hammerbrecher) oder eine Mahlbahn (Prallbrecher) geschleudert. Für das gewünschte Mahlergebnis sind bei Prallzerkleinerungsmaschinen die Umfangsgeschwindigkeit, die Spaltweite zwischen Rotor und Stator, die Form, die Größe und die Anzahl der Schlagorgane, die Mahlgutkonzentration im Mahlraum, die Temperatur und die Feuchtigkeit des Trärgases und die Art der Beeinflussung von Verweilzeit und Endfeinheit durch die Klassiervorrichtung wesentlich [23].

Tabelle 2-2: Richtwerte für Prall- und Hammerbrecher [33, 41]

Eigenschaften	Messwert	Einheit
Rotordurchmesser	500 bis 2500	[mm]
Länge/Durchmesser	0,8 bis 1,5	[-]
Umfangsgeschwindigkeit	20 bis 60	[m/s]
Durchsatz	20 bis 1000	[m ³ /h]
max. Zerkleinerungsverhältnis	15 bis 50	[-]
spez. Arbeitsbedarf	0,6 bis 1,5	[kWh/t]

Tabelle 2-3: Abmaße und Betriebsparameter von Rotorprallmühlen [33]

Eigenschaften	Plattenrotor-, Stiftmühlen	Schlagrad-, Schlägermühlen	Einheit
Rotordurchmesser	200 bis 1600	1500 bis 4000	[mm]
max. Drehzahl	12000 bis 1500	1400 bis 450	[min ⁻¹]
max. Umfangsgeschwindigkeit	100 bis 140	80 bis 100	[m/s]
Motorleistung	5 bis 150	100 bis 1600	[kW]
Durchsatz	100 bis 6000	20000 bis 50000	[m ³ /h]

Bei der Zerkleinerung von mineralischem Aufgabegut in Hammer- bzw. Prallbrechern sind verschiedene Beanspruchungsarten wirksam. Im Weiteren werden die für die Zerkleinerung von Presslingen aus Sylvinit (USA) verwendete Zerkleinerungsmaschinen näher erklärt.

Prallbrecher

Die in Abbildung 2-4, a) dargestellte Bauform eines Prallbrechers besitzt zwei Teilräume, wobei die Zerkleinerung hauptsächlich im oberen Teilraum stattfindet. Die Vorgänge in einem Teilraum lassen sich folgendermaßen beschreiben. Durch Stoß der Teilchen an den Rotorprallleisten im ersten Teilraum bilden sich zum einen Brüche, die kalottenförmige Bereiche der Partikel ab-

trennen. Zum anderen erfahren die Bruchstücke eine Beschleunigung in Richtung der ersten Prallplatte, wo eine Beanspruchung durch Flächenstoß erfolgt. Die nun entstehenden Bruchstü-

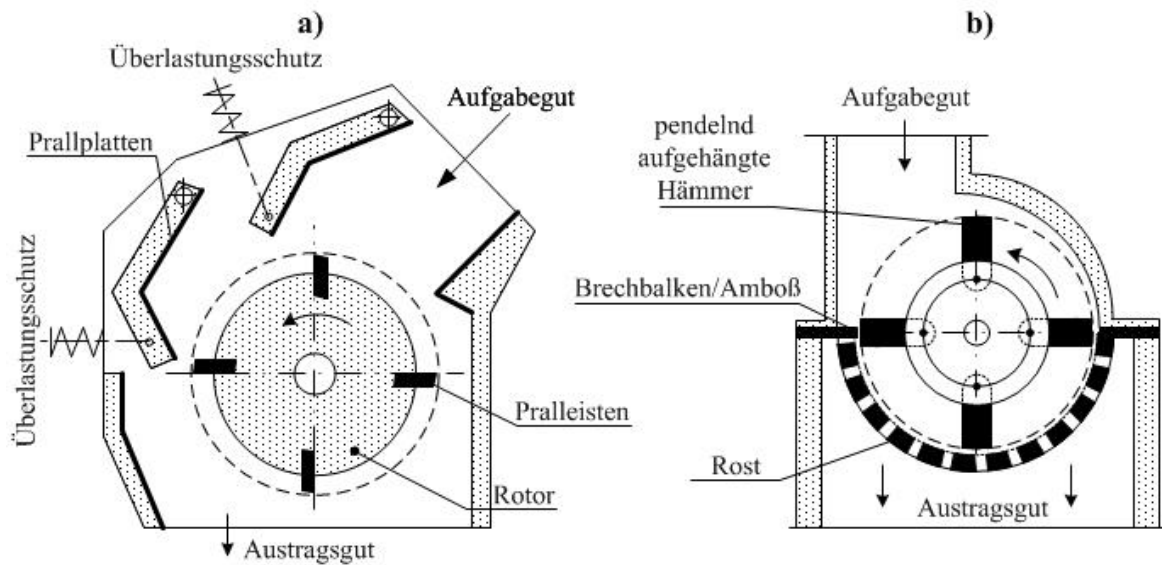


Abbildung 2-4: Prallbrecher a) und Hammerbrecher mit Siebrost b) [41, 48, 15]

cke fallen zurück und werden erneut beansprucht [33]. Nicht zu vergessen ist, dass neben den bereits genannten Stoßarten Stöße zwischen den Partikeln zur Zerkleinerung des Gutes beitragen. In Abbildung 2-5 sind die unterschiedlichen Beanspruchungssituationen sowie die jeweiligen Stoßkonfigurationen dargestellt, die in Prallzerkleinerungsmaschinen auftreten können. Für die Zerkleinerung sind Flächenstöße bzw. gerade Stöße vorteilhaft [35, 48]. In der Praxis werden aber häufig auch Kantenstöße auftreten. Ein Kantenstoß ist sowohl durch die Relativbewegung „Partikel zu Wand“ als auch „Werkzeug zu Partikel“ möglich. Er lässt sich aber hauptsächlich dem Kontakt zwischen Teilchen und Werkzeug zuordnen. Die meisten Bruchereignisse sind an den rotierenden Werkzeugen zu finden. Kantenstöße sind als ungünstig einzustufen, da die Körner in Rotation geraten und nicht senkrecht auf die Prallplatten geschleudert werden. Bei der Beanspruchung zwischen zwei Partikeln im Prallraum ist der gerade Stoß vorteilhaft [35, 48].

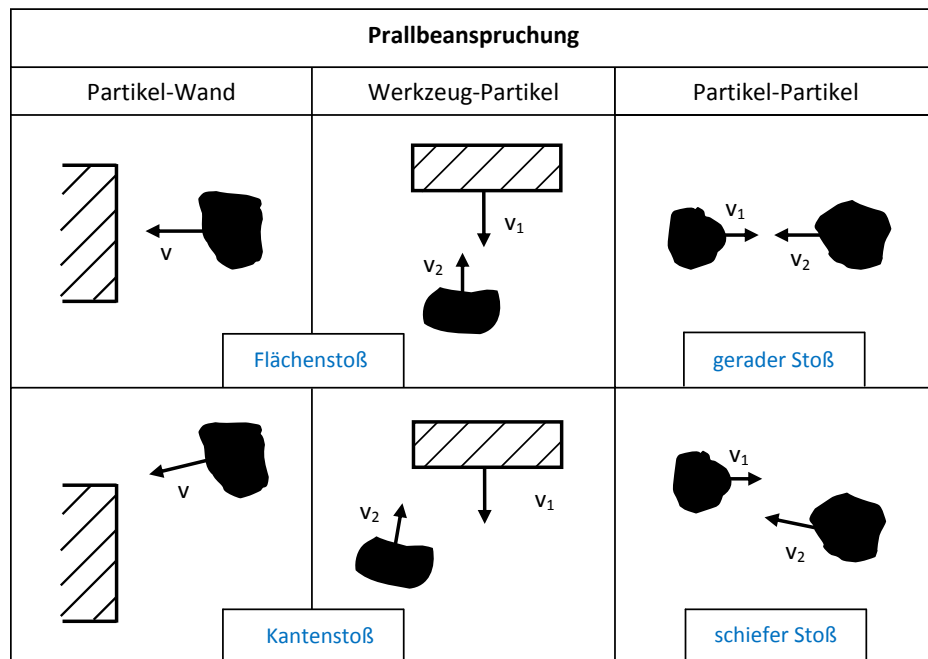


Abbildung 2-5: Systematik zur Prallbeanspruchung [33, 23, 48].

Hammerbrecher

Bei Hammerbrechern sind die Zerkleinerungswerkzeuge (Hämmer) beweglich an dem Rotor angebracht. Durch die Zentrifugalkraft beim Drehen des Rotors stellen sich die Hämmer auf und zerteilen das Material. Im Gegensatz zu den Prallplatten der Prallbrecher erfolgt eine Schlagbeanspruchung im Aufgabeschacht des Hammerbrechers an den Brechbalken bzw. Amboss (siehe Abbildung 2-4, b), bei der ebenfalls ein Flächenstoß der Partikeln auftritt, wobei im Vergleich zu den Prallplatten bei Prallbrechern der Brechbalken bzw. Amboss nicht in seiner Position und

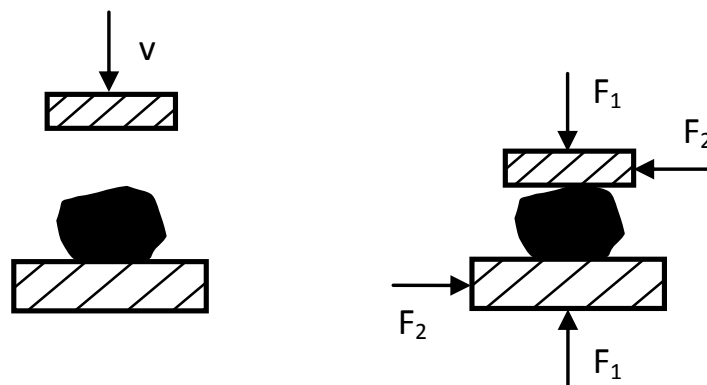


Abbildung 2-6: Schlag (schnelle Druckbeanspruchung) [23] und Reibung [14]

Neigung verstellbar ist. Bei manchen Bauformen von Hammerbrechern befindet sich unterhalb

des Rotors ein Austragsrost, was die obere Korngröße des gebrochenen Gutes begrenzt. Der Zerkleinerungsvorgang lässt sich in drei Teile gliedern. Zuerst erfolgt eine Zerkleinerung des aufgegebenen Materials an den Hämmern in der Einlauföffnung. Danach erfolgt eine Prallbeanspruchung des geschlagenen Materials an den Wänden des Brechraums und im Anschluss zwischen Amboss und Hämmern. Danach wird die Zerkleinerung im unteren Teil zwischen den Hämmern und dem Rost realisiert [15, 33]. Neben der Prallbeanspruchung tritt zwischen den Hämmern und dem Austragsrost vor allem eine Gutzerkleinerung durch Schlag und Reibung auf (siehe Abbildung 2-6) [14, 15].

Cage-Paktor

In der Kaliindustrie wird außerdem eine als Cage-Paktor bezeichnete Zerkleinerungsmaschine eingesetzt. Der Cage-Paktor (siehe Abbildung 2-7) ist eine spezielle Bauform zur Steigerung der Granulatausbeute. Das Mahlgut wird durch den Transportschacht axial aufgegeben und über die Zentrifugalbeschleunigung durch zwei sich gegensinnig drehende Rotoren, auch Käfige genannt, radial nach außen befördert. Beim Passieren der mit Prallplatten bestückten Käfige wird nur Material zerkleinert, welches eine entsprechende Größe und damit Masse aufweist (siehe Abbildung 2-7). Bereits zerkleinertes Material mit kleineren Abmessungen wird nicht nochmals beansprucht. Die Käfigmühle kann deshalb als Zerkleinerungsmaschine, die mit einem verbesserten Prinzip der selektiven Gutzerkleinerung arbeitet, verstanden werden. Ein Vorteil gegenüber den anderen Maschinentypen ist, dass der Materialaustrag über den gesamten Umfang des Käfigs

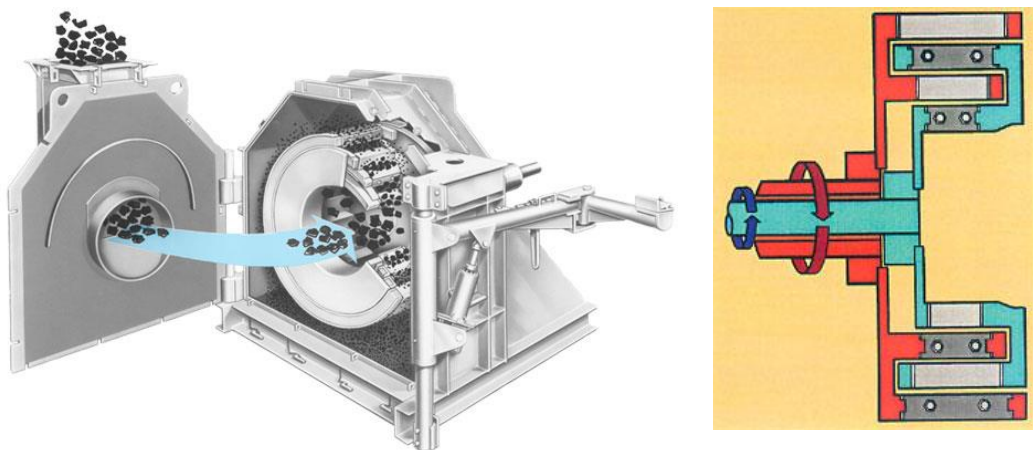


Abbildung 2-7: Cage-Paktor im geöffneten Zustand und schematische Darstellung der Wirkungsweise [10]

stattfindet. Allein über die Geschwindigkeit der Rotoren kann die Größe des fertigen Gutes beeinflusst werden. Weiterhin fallen durch die stufenweise Prallbeanspruchung nach Aussage des Herstellers weniger Über- und Unterkornanteile im Produkt an. Damit lässt sich eine höhere Ausbeute in der gewünschten Gutfraktion erzielen [10].

Vorbrecher

Bei der Kaligranulatherstellung können für die Vorzerkleinerung der sperrigen und großflächigen Presslinge (Schülpen) ein Vorbrecher (siehe Abbildung 2-8) verwendet werden. Für diesen Zerkleinerungsprozess werden vorrangig profilierte Walzenbrecher eingesetzt. Zwei Brecherwalzen mit aufgesetzten Stiften zerkleinern das verpresste Gut äußerst staubarm bei einer oberen Korngrenze von 30-50 mm [40].

Der Vorbrecher gehört meist mit zum Lieferumfang der Presse und ist direkt an die Presse angeschlossen. Typische Ausführungsdaten eines in der Kaliindustrie eingesetzten Vorbrechers sind in Tabelle 2-4 aufgeführt.

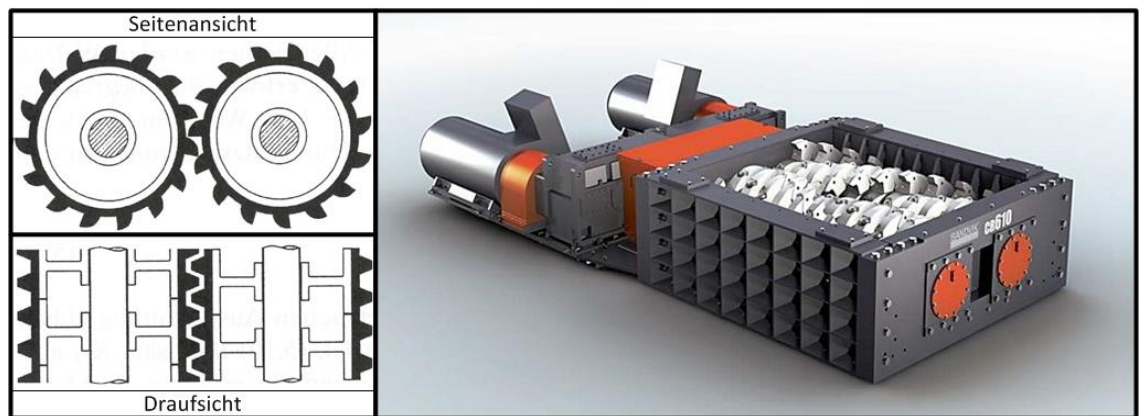


Abbildung 2-8 : Walzenbrecher zur Vorzerkleinerung [30, 34]

Tabelle 2-4 : Typische Ausführungsdaten eines Vorbrechers für Durchsätze von ca. 120 t/h [47]

Durchmesser der Brechringe	335 mm
Arbeitsbreite	1400 mm
Antriebsleistung	18,5 kW

2.4 KLASSIERUNG DER ZERKLEINERTEN KALISALZPRESSLINGE

Klassierprozesse dienen der Trennung von Kornkollektiven in Produkte unterschiedlicher Korngrößenzusammensetzung. Die zur Erreichung dieses Prozesszieles möglichen Wirkprinzipien lassen sich in zwei Gruppen, das Sieb- oder das Stromklassieren, gliedern [34]. In der Kaliindustrie wird meistens ein Siebklassieren angewandt.

Kalisalz ist grundsätzlich ein ausgesprochen gut siebbares Material, wie Abbildung 2-9 zeigt.

Bei der Kalisalzverarbeitung werden Klassierprozesse in folgenden Stufen durchgeführt:

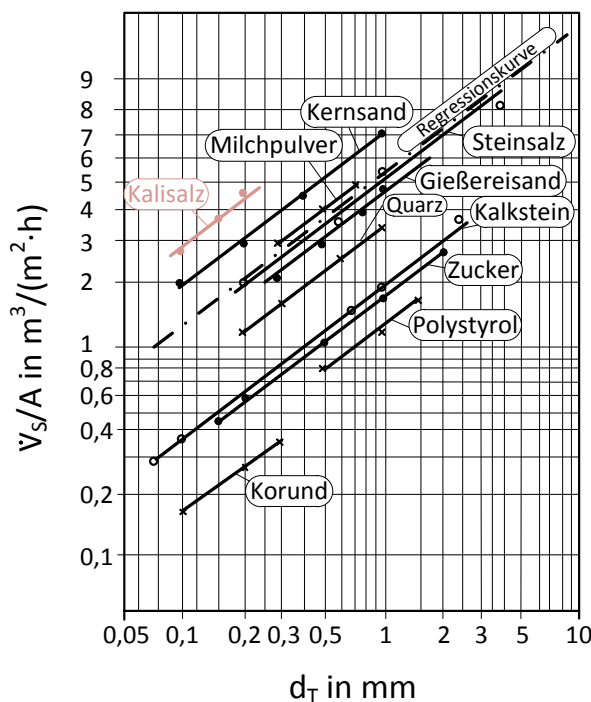


Abbildung 2-9: Spezifischer Durchsatz auf Stößelschwingsieben in Abhängigkeit von der Trennkorngröße, bezogen auf eine Sieblänge von 1,5 m [33]

- Zwischenabtrennung des Feingutes beim Mahlprozess;
- Abtrennung des Feinkorns bei der Vakuumkristallisation;
- Feinkornabtrennung nach dem Flotationsprozess (Nassklassierung);
- Siebung vor und nach der Pressgranulation;
- Kontrollsiebung vor der Verladung [11].

Es sei betont, dass die Klassierung bei den Prallzerkleinerungsmaschinen bereits im Mahlraum beginnt. Dort wird mit Mahlbahnen, Auszugsrosten bzw. Austragssieben gearbeitet. Diese haben die Aufgabe, die Selektivität der Zerkleinerung zu erhöhen. Für die nach den Bre-

chern anfallenden Klassieraufgaben kommen meist Doppelfrequenz-(DF)-Siebmaschinen zum Einsatz. Diese verfügen in der Regel über zwei Decks. Bei neueren Entwicklungen kommt ein drittes Deck als Entlastungssieb zur Anwendung [18]. Abbildung 2-10 zeigt eine typische, in der Kaliindustrie eingesetzte DF-Siebmaschine. Das Antriebsprinzip der DF-Siebmaschinen beruht auf dem Einsatz von zwei Unwuchtmotoren mit verschiedenen Drehzahlen. Der Motor mit der niedrigeren Drehzahl und der größeren Unwucht ist einlaufseitig, der mit der höheren Drehzahl und der kleineren Unwucht am Auslauf angebracht. Das Siebgut wird am Einlauf durch die große Schwingweite aufgelockert und durchmischt. Am Überlauf bewirkt die hohe Frequenz des Motors infolge der höheren Beschleunigung ein Absieben auch von siebschwierigem Produkt.

Durch Veränderung der Drehrichtungen lässt sich die Transportgeschwindigkeit des Siebgutes gezielt beeinflussen [27].

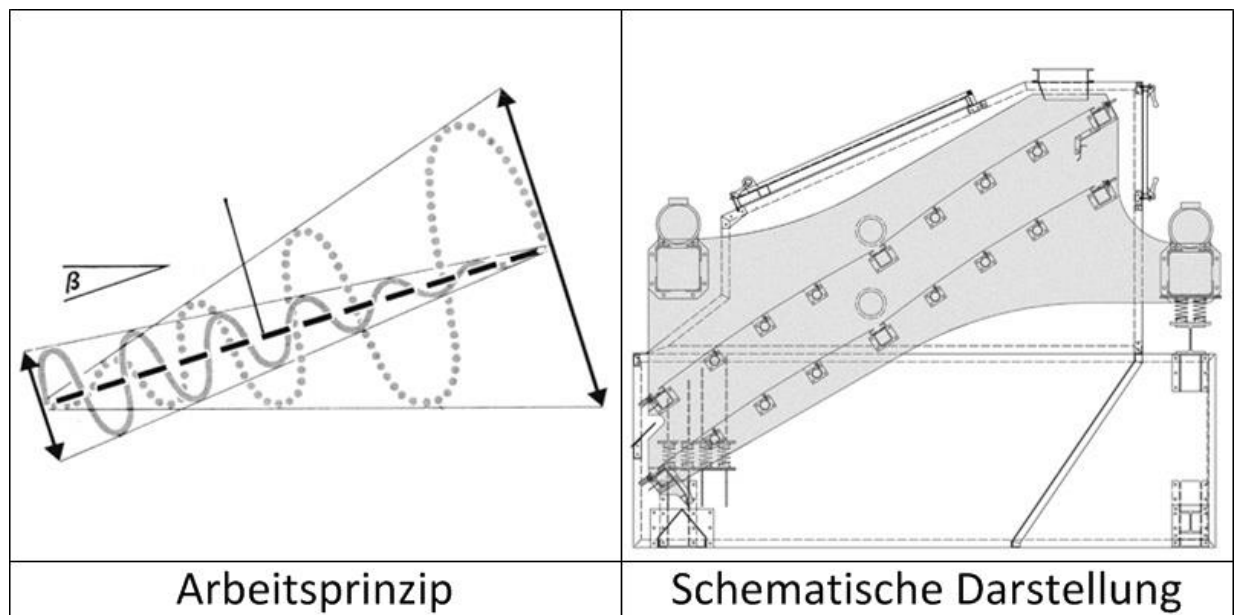


Abbildung 2-10: Schematische Darstellung eines Zwei-Deck-Vibrationssiebes [27]

2.5 ANLAGENVARIANTEN DES KOMPAKTIER-/ZERKLEINERUNGS- VERFAHRENS

In der Kaliindustrie können verschiedene Maschinenkombinationen in den Verfahrensschemen für die Kaligranulatherstellung in Abhängigkeit von den Aufgabesalzeigenschaften sowie von den nötigen Produkteigenschaften verwendet werden. Aber alle Granulierkreisläufe haben min-

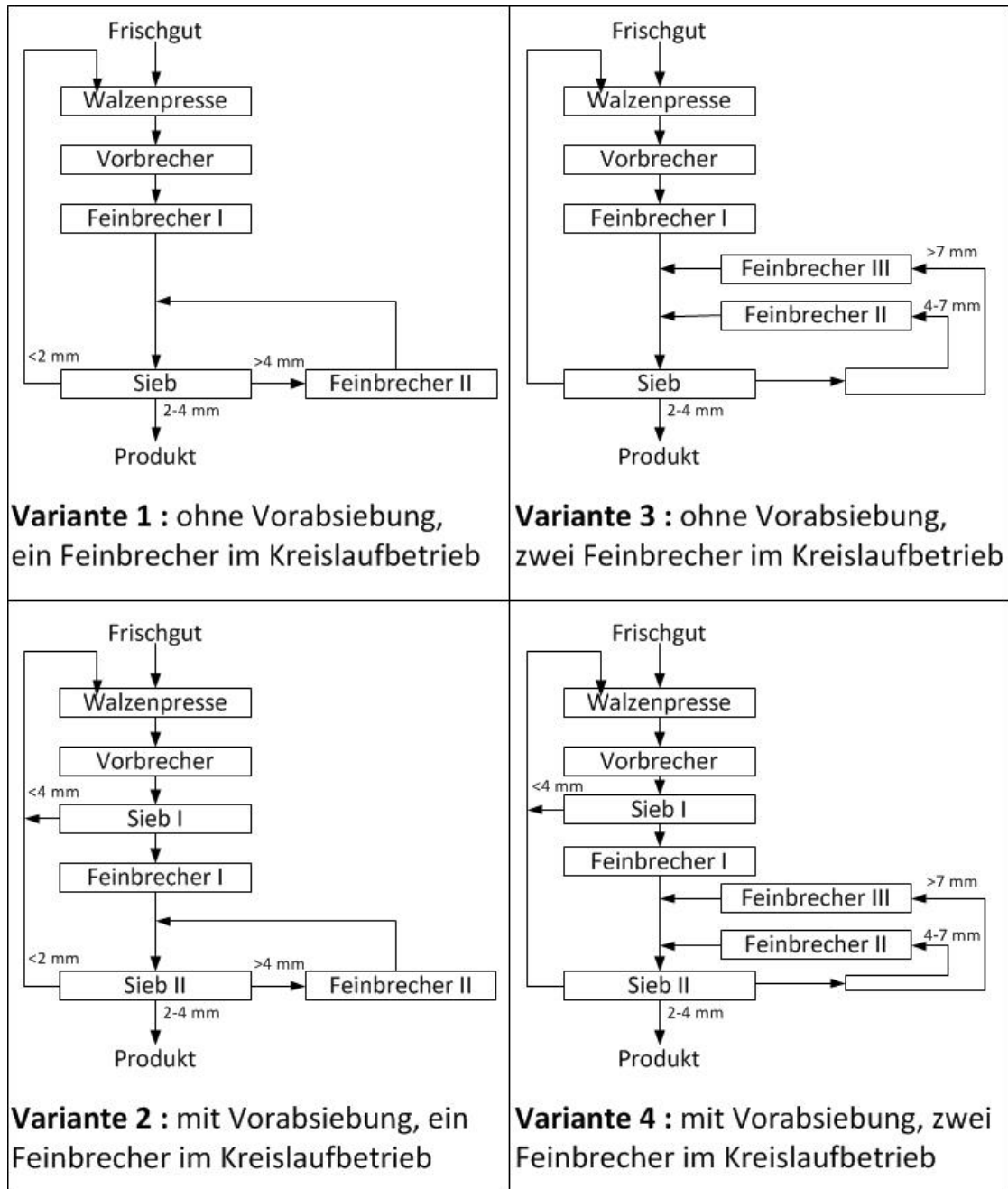


Abbildung 2-11 : Bekannte Varianten des Gesamtverfahrens zur Kaligranulatherstellung [47].

destens zwei Zerkleinerungsstufen. Dabei kann man prinzipiell in Anlagen mit und ohne Vorabsiebung unterscheiden. Ein weiteres Merkmal ist die Anzahl der Feinbrecher in Prozess. Abbildung 2-11 gibt einen Überblick der am häufigsten verwendeten Varianten.

3 SYSTEMBETRACHTUNG ZUR KALISALZGRANULATHERSTELLUNG

3.1 SYSTEMELEMENTE

Die Optimierung des Verfahrenssystems der Kalisalzgranulatherstellung bildet eine Untersuchung der Prozesse Kompaktierung und Zerkleinerung. Abbildung 3-1 zeigt ein Black-Box-Modell für die zu untersuchende Kalisalzgranulatherstellung.

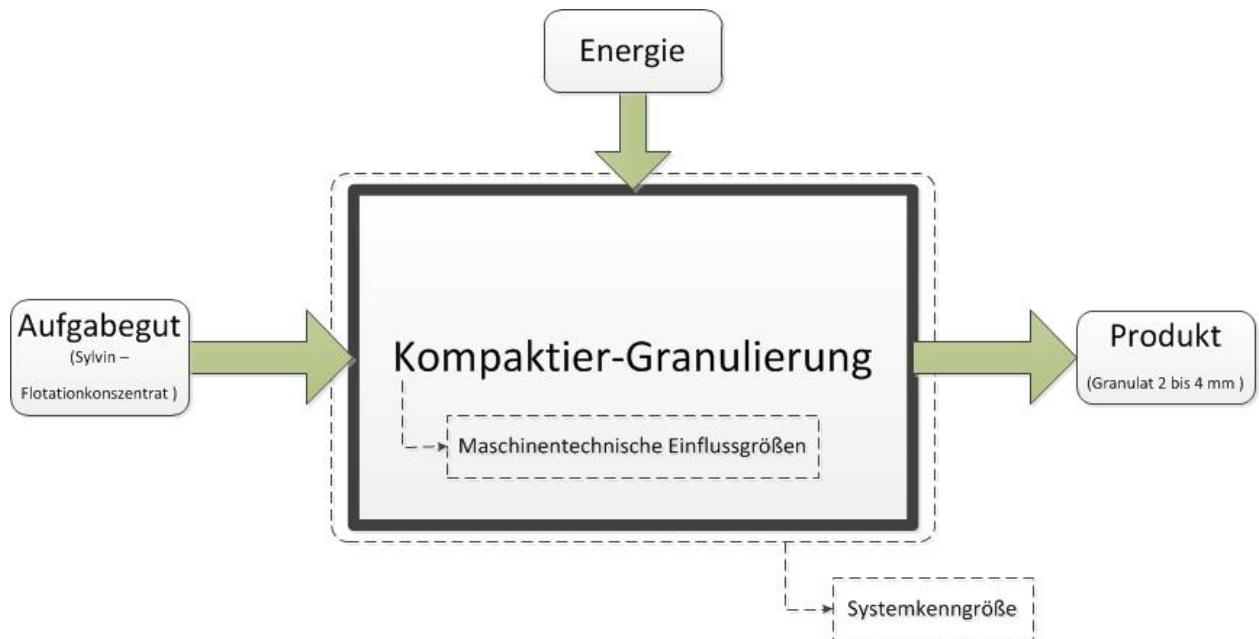


Abbildung 3-1: Black-Box

Es ist eine Vielzahl von Einflussgrößen, Zielgrößen sowie Systemkenngroßen zu berücksichtigen. Die wichtigsten sind:

Einflussgrößen Stoff:

- granulometrische Eigenschaften,
- mineralogische Eigenschaften,
- physikalisch-chemische Eigenschaften.

Einflussgrößen Walzenpresse:

- Walzen: Durchmesser, Arbeitsbreite, Oberflächenprofilierung,
- Umfangsgeschwindigkeit der Presswalzen,
- spezifische Anpresskraft ,
- Gutzuführung in den Walzenspalt,

- Antriebssysteme für Walzen und Stopfschnecke.

Einflussgrößen Zerkleinerungsmaschine:

- Brechertyp,
- Rotorumfangsgeschwindigkeit,
- Spaltweite Rotor-Brechbalken/Amboß, Austragsrost.

Zielgrößen:

- Granulatausbeute z. B. 2 bis 4 mm,
- Granulatfestigkeit.

Systemgrößen:

- Anlagendurchsatz,
- spezifischer Arbeitsbedarf.

Da die Siebklassierung des Zerkleinerungsproduktes weder die Granulatausbeute noch die Granulatfestigkeit beeinflusst, muss dieser Prozess nicht mit in das Black-Box-Modell einbezogen werden.

3.2 STOFFLICHE CHARAKTERISIERUNG DES KALISALZES

Ausgangspunkt für die Untersuchung der Kalisalzgranulatherstellung ist sowohl eine vollständige stoffliche Charakterisierung des ausgewählten Kalisalzes (Aufgabegut) als auch eine Auswahl der Methoden für die Charakterisierung des Zwischen- und Endproduktes (Kalisalzpresslinge bzw. Kalisalzgranulat, Fraktion 2 bis 4 mm). Zur Charakterisierung des Aufgabegutes werden folgende Untersuchungen durchgeführt:

- Korngrößenverteilung,
- Feuchtigkeit,
- REM-Analyse (zur Kornvisualisierung und zur Bestimmung der chemischen Zusammensetzung),
- Röntgenphasenanalyse (zur Bestimmung der Kristallphasen),
- chemische Analyse (zur Bestimmung der chemischen Zusammensetzung),
- Stereomikroskopaufnahme für die verschiedenen Körner,
- Kornhärte.

Um das Zwischenprodukt (Kalisalzpresslinge) zu charakterisieren, werden folgende Untersuchungsmethoden angewandt:

- Druckfestigkeit der Kalisalzpresslinge,
- Biegefestigkeit der Kalisalzpresslinge,
- Rohdichte (nach dem Archimedischen Prinzip).

Die Qualität des Endproduktes (Kalisalzgranulat, Fraktion 2 bis 4 mm) wird mit Hilfe des Abriebtests charakterisiert.

Im ANHANG A wird eine ausführliche Beschreibung der angewandten Mess- und Untersuchungsmethoden gegeben.

3.3 KOMPAKTIERPROZESS

Die Qualität der Kalisalzpresslinge bestimmt deren Zerkleinerungsverhalten sowie die Festigkeit des Granulates. Deshalb ist es eine wichtige Aufgabe der Verfahrensoptimierung, die Kompaktierbedingungen so festzulegen, dass qualitätsgerechtes Kompaktat entsteht [49]. Viele Autoren beschreiben die Vorgänge während der Verdichtung ähnlich [12, 25, 29, 33, 49]. Als Haupteinflussgrößen werden die Aufgabematerialeigenschaften sowie verfahrenstechnische Parameter identifiziert.

Deshalb ist es zweckmäßig, systematische Untersuchungen zum Kompaktierprozess mit Hilfe einer hydraulischen Stempelpresse durchzuführen. Unter Nutzung dieses Presstyps lassen sich die relevanten Einflussgrößen im breiten Variationsbereich auf definierte Niveaus einstellen. Das ist im Fall von Walzenpressen auch bei kleineren Anlagen nicht in analoger Weise realisierbar. Die verfahrenstechnische Haupteinflussgröße, der Pressdruck, ist hier nicht frei einstellbar, sondern eine Reaktionsgröße, die von den anderen Kompaktierparametern abhängt. Weitere Restriktionen betreffen die notwendigen Mengen an Versuchsmaterial sowie den Versuchsaufwand. Die Ergebnisse von der hydraulischen Stempelpresse sind qualitativ immer auf die Walzenpresse

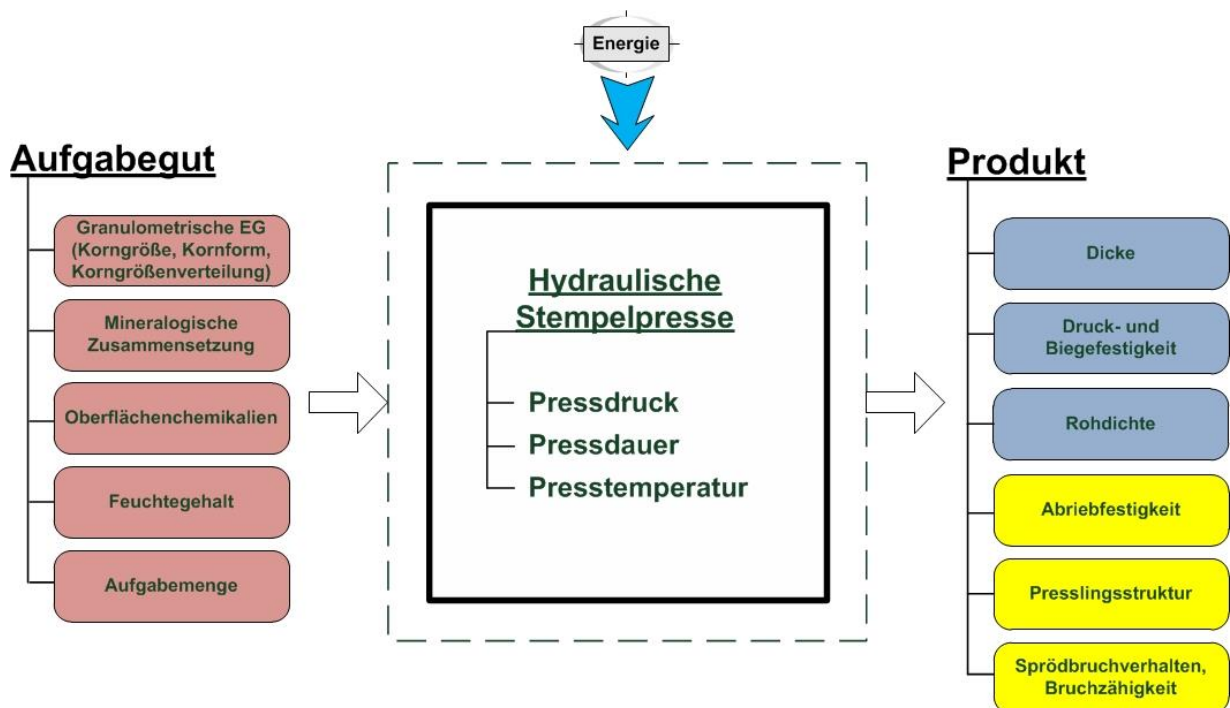


Abbildung 3-2 : System «Hydraulische Stempelpresse» (Herstellung von Kalisalzpresslingen)

übertragbar. Abbildung 3-2 enthält das Schema des Systems «Hydraulische Stempelpresse» für die Herstellung von Kalisalzpresslingen, wie es den Pressversuchen in dieser Arbeit zugrunde gelegt worden ist. Daraus geht hervor, dass das Endprodukt neben der Rohdichte und Festigkeit auch durch die Zielgrößen Presslingsstruktur und Zerkleinerungsverhalten definiert werden

kann. Zur Bestimmung der Qualitätsmerkmale von Kalisalzpresslingen gib es aber keine Vorschriften bzw. Normen wie in anderen Fällen [2, 5, 6].

Von den Autoren Rose [29], Wollenberg [49], Pietsch [25] wurde festgestellt, dass zu den wichtigsten stofflichen und verfahrenstechnischen Einflussgrößen folgende gehören: Korngröße, Aufgabemenge, Pressdruck, Pressdauer und Presstemperatur. Der Einfluss der Korngröße auf den Kompaktierprozess ist abhängig von der Einstellung der übrigen Kompaktierparameter. Zum Beispiel können mit zunehmender Kornfeinheit höhere Pressdrücke für die Bindung nutzbar gemacht werden, wenn die Werte der anderen Kompaktierparameter im optimalen Bereich eingestellt sind. Aber das Überschreiten der optimalen Werte der anderen Kompaktierparameter führt zum Verlust des Einflusses der Körnungsparameter auf die Presslingsqualität.

Die Haupteinflussgröße auf den Verdichtungsvorgang und die Presslingsfestigkeit ist der Pressdruck [12, 19, 21, 25, 29, 40, 49]. Um die beste Presslingsqualität zu erreichen und den Presslingsbruch nach dem Pressen wegen elastischer Rückexpansion zu vermeiden, soll ein optimaler Wert nicht nur für den Pressdruck, sondern auch für die Pressgeschwindigkeit und für die Pressdauer eingestellt werden.

Eine große Rolle für den Kompaktierprozess spielt auch die Presstemperatur, weil mit steigender Temperatur sich die Plastizität des Kalisalzes erhöht und der kritische Druck für plastisches Fließen abnimmt. Damit verbessern sich die Bedingungen für die Ausbildung von Schmelzbrücken. Außerdem werden die molekularen Bindekräfte durch eine erhöhte Presstemperatur aktiviert. Infolge erhöhter Schwingfrequenz der Elektronen bei gleichzeitiger Energieabnahme einer Einzelbindung steigt die Zahl der Bindungsstellen. Die Energie der Einzelbindung erhöht sich wieder nach der Abkühlung, während die Anzahl der Bindungsstellen in etwa bestehen bleibt. Somit steigt die Gesamtbindungsenergie. Auf Grund der genannten Effekte sind geringere Mindestpressdrücke notwendig, um ausreichend intensive Bindekräfte auszulösen. Für die Kompaktierbarkeit von spröden und elastischen Materialien kann eine hohe Presstemperatur die entscheidende Voraussetzung sein [49].

Die optimalen Werte des Feuchtegehaltes von Kalisalzen für den Kompaktierprozess wurden von Rose [29] und Wollenberg [49] gefunden und können den Pressversuchen in dieser Arbeit zugrunde gelegt werden. Sie liegen im allgemeinen im Bereich $< 1\%$. D.h. das aufbereitete Kalisalz wird nach quasi vollständiger Trocknung eingesetzt. Höhere Feuchtegehalte erbringen keinen Vorteil.

3.4 ZERKLEINERUNGSPROZESS

Wie im Abschnitt 2.3 dargestellt, werden für die Zerkleinerung von Kalisalzpresslingen Prallzerkleinerungsmaschinen eingesetzt. Die Zerkleinerung der mit der hydraulischen Stempelpresse hergestellten Kalisalzpresslinge erfolgt mit der Schlagnasenmühle, Rotorflügelmühle und dem

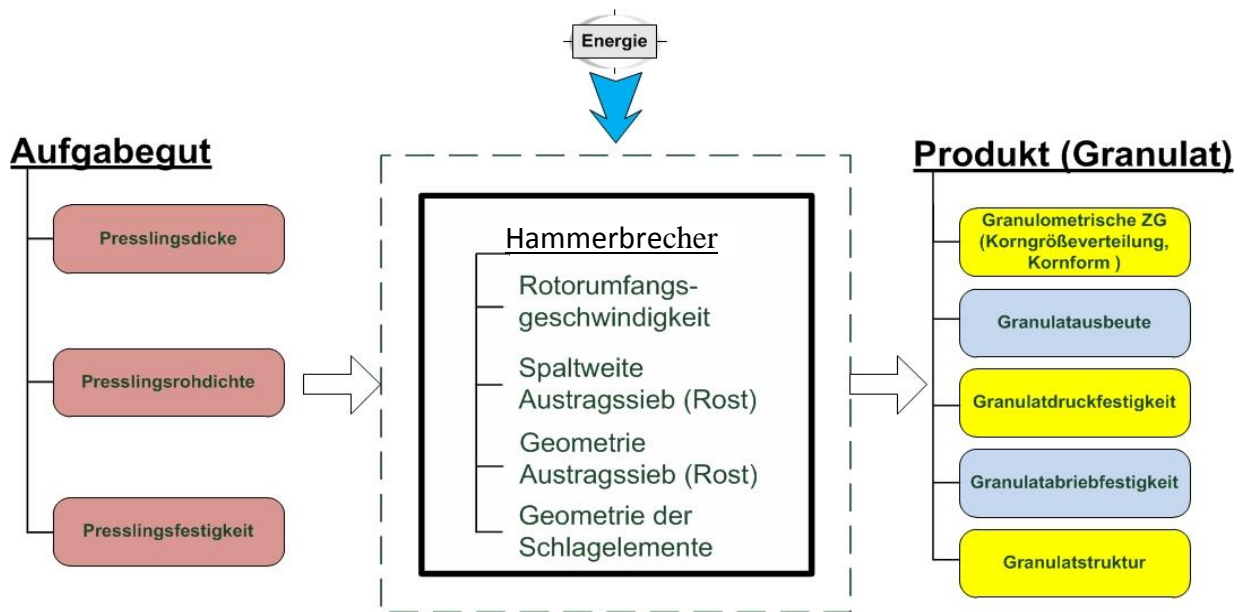


Abbildung 3-3 : System «Hammerbrecher» (Kalisalzgranulatherstellung)

Hammerbrecher. Für den Hauptteil der Zerkleinerungsversuche wird ein Hammerbrecher der Bauart HAZEMAG (Unirotor 490/380) verwendet. Es besteht hierbei die Möglichkeit, die Zerkleinerungsbedingungen durch Variation der Rotorumfangsgeschwindigkeit, der Spaltweite des Brecheraustragsrostes und der Geometrie sowohl des Austragssiebes als auch der Schlagelemente zu verändern. Die maschinentechnischen Einflussgrößen für die Mühlen sind ähnlich. Deshalb kann das System «Hammerbrecher» (siehe Abbildung 3-3) den Zerkleinerungsprozess mit Prallzerkleinerungsmaschinen ausreichend beschreiben.

Die wichtigsten Kennwerte für das Produkt (Granulat) sind die Granulatausbeute und die Granulatabriebfestigkeit. Diese sind als Qualitätsanforderungen in entsprechenden Vorschriften bzw. Normen zusammengefasst [4].

Als rohstoffliche Einflussgrößen wurden die Dicke, Rohdichte sowie die Druck- und Biegefestigkeit der Presslinge, die die Zielgrößen für das System «Hydraulische Stempelpresse» (siehe Abbildung 3-2) sind, festgelegt.

4 PRÄZISIERUNG DER AUFGABENSTELLUNG

Kaligranulat wird industriell nach dem Kompaktier-Zerkleinerungsverfahren hergestellt. Das Ziel der Verfahrensoptimierung ist die Steigerung der Granulatausbeute bzw. Granulatproduktion bei Gewährleistung der geforderten Granulatqualität. Die Analyse des wissenschaftlich-technischen Standes macht deutlich, dass sich die Optimierungsbemühungen der Industrie bislang hauptsächlich auf den Zerkleinerungs- und Klassierprozess konzentriert haben. Der Einfluss der Kompaktierbedingungen blieb weitgehend unberücksichtigt, obwohl die Herstellung fester und gut zerkleinerbarer Kalisalzpresslinge die Voraussetzung für die nachfolgende Granulatherstellung durch Zerkleinern ist. Der Kompaktierprozess wurde separat optimiert, hauptsächlich nach der Pressenleistung. Die Kompaktatqualität wurde nur bezüglich einer Mindestrohddichte eingeschätzt. Andere Anforderungen an die Kompaktatqualität im Hinblick auf die Zielgrößen Granulatausbeute und Granulatqualität werden nicht gestellt. Unter diesen Bedingungen ist das Optimierungspotential des Kompaktier-Zerkleinerungsverfahrens nicht ausgeschöpft.

Es ist deshalb Aufgabe der Arbeit, anhand von experimentellen Untersuchungen im Technikumsmaßstab die komplexe Optimierung der Kaligranulatherstellung sowohl unter Berücksichtigung der wichtigsten Kompaktier- als auch der wichtigsten Zerkleinerungsparameter durchzuführen. Da die Einflüsse sehr komplex ineinander greifen, sollen die Versuche auf Basis statistischer Versuchspläne realisiert werden. Aus der globalen Aufgabenstellung ergeben sich folgende Arbeitsschwerpunkte:

1. Chemische und physikalische Charakterisierung des Versuchsmaterials. Das zu untersuchende Kaliumchlorid hat ungünstige Granuliereigenschaften. Bislang konnten keine zufriedenstellenden Granulatausbeuten und -festigkeiten erzielt werden.
2. Auswahl eines statistischen Versuchsplanes für den Kompaktierprozess unter Berücksichtigung der wichtigsten Einflussgrößen. Durchführung von Pressversuchen mit der hydraulischen Stempelpresse unter Einhaltung der Vorschriften des Versuchsplanes.
3. Auswahl eines statistischen Versuchsplanes für den Zerkleinerungsprozess unter Berücksichtigung der wichtigsten Einflussgrößen. Durchführung von Zerkleinerungsversuchen mit Prallzerkleinerungsmaschinen im Technikumsmaßstab unter Einsatz von auf der hydraulischen Stempelpresse hergestellten Presslingen.
4. Kopplung der auf Basis der Versuchspläne erstellten Modelle für den Kompaktier- und Zerkleinerungsprozess zur Erstellung eines Komplexmodells für das Gesamtverfahren. Die Kopplung soll über Qualitätsmerkmale der Presslinge, wie Rohddichte oder Biegefestigkeit,

- erfolgen, die bei der Kompaktierung Zielgrößen und bei der Zerkleinerung Einflussgrößen sind.
5. Wenn eine Kopplung der Modelle aus physikalischen Gründen nicht sinnvoll ist, soll ein Versuchsplan für das Gesamtverfahren für die Zielgrößen Granulatausbeute und Granulatfestigkeit aufgestellt werden unter Berücksichtigung der wichtigsten Einflussgrößen des Kompaktier- und Zerkleinerungsprozesses. Hierfür ist eine Reduzierung der Gesamtzahl an Einflussgrößen notwendig. Durchführung von Press- und Zerkleinerungsversuchen (hydraulische Stempelpresse, Prallzerkleinerungsmaschinen) im Technikumsmaßstab unter Einhaltung der Vorschriften des Gesamtversuchsplanes.
 6. Mit Hilfe der Modelle werden Kennlinienfelder entwickelt, die die Wirkung der wichtigsten Einflussgrößen auf die Zielgrößen Presslingsrohdichte, Presslingsfestigkeit sowie Granulatausbeute und Granulatfestigkeit zeigen. Die physikalischen Hintergründe für die Kurvenverläufe sind aufzuklären.
 7. Mit den statistischen Gesamtmodellen sind verschiedene Optimierungsszenarien durchzurechnen:
 - a) Optimierung nach der Zielgröße Granulatausbeute, wenn die Granulatfestigkeit immer gewährleistet ist bzw. durch eine Granulatnachbehandlung realisiert werden kann,
 - b) Optimierung nach der Zielgröße Granulatfestigkeit, wenn diese nicht immer gegeben bzw. eine zielführende Granulatnachbehandlung zu aufwendig ist.
 8. Berechnung der Auswirkung der Optimierungswege 7, a) und 7, b) auf die Granulatproduktion von Kompaktier-Granulieranlagen für Systeme mit Zerkleinerungs-Klasierkreisläufen.

5 EXPERIMENTELLE UNTERSUCHUNGEN ZUR KALISALZGRANULATHERSTELLUNG

5.1 CHARAKTERISIERUNG DES VERSUCHSMATERIALS

Auswahl des Versuchsmaterials

Ursprünglich wurde überlegt, als Untersuchungsmaterial zwei Kalisalze (Flotationskonzentrate K60) zu verwenden (siehe Abbildung 5-1):

- Sylvin Weiß (USA),
- Sylvin Rot (USA).

Die Körnungsanalysen zeigten (siehe Abbildung 5-2), dass die Korngrößenverteilung für die



Abbildung 5-1 : Flotationskonzentrat K60 – Sylvin Rot (links) und Sylvin Weiß (rechts)

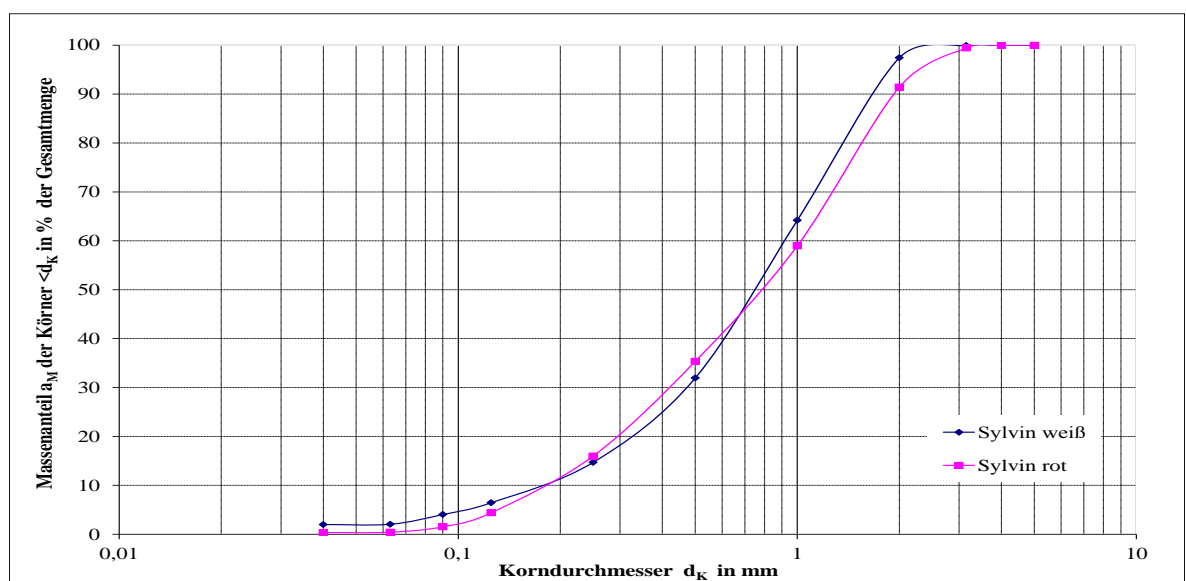


Abbildung 5-2 : Korngrößenverteilung für Sylvin Rot und Sylvin weiß [20]

beide Salze ähnlich ist. Das Sylvin Weiß hat zwar etwa 3% mehr Feinstkorn der Klasse 0 – 0,1 mm, was aber keine wesentlichen Auswirkungen auf das Kompaktierverhalten hat. Das zeigen Pressversuche auf der hydraulischen Stempelpresse mit geschlossener Pressform, die unter folgenden Bedingungen durchgeführt worden sind:

- Pressdruck (p) – 100 MPa,
- Presstemperatur (ϑ_p) – ca. 20°C,
- Pressdauer (t_p) – 1 s,
- Ausgangskörnung,
- Presslingsformat: $\varnothing = 50$ mm, $h = 20$ mm.

Die Qualität der Presslinge aus den beiden Salzen bezüglich Druckfestigkeit und Rohdichte ist näherungsweise gleich (siehe Tabelle 5-1).

Tabelle 5-1 : Qualitätsvergleich der Presslinge

Presslingsqualität	Sylvin Weiß	Sylvin Rot
Druckfestigkeit [MPa]	53,38	47,02
Rohdichte [g/cm ³]	1,96	1,97

Tatsache ist aber, dass das Kompaktat aus Sylvin Rot in der Praxis wesentlich schlechtere Zerkleinerungsergebnisse sowohl hinsichtlich der Granulatausbeute als auch hinsichtlich der Granulatfestigkeit aufweist. Es muss also weitere Eigenschaftsfaktoren des Kompaktats geben, die von der Druckfestigkeit und Rohdichte nicht erfasst werden, aber großen Einfluss auf das Zerkleinerungsverhalten haben.

Die weiteren Untersuchungen konzentrieren sich auf die Verarbeitung des roten Sylvins, um nicht nur das Kompaktier-Zerkleinerungsverfahren für das Problemsalz zu optimieren, sondern auch die Ursachen der schlechten Ergebnisse für die Granulatausbeute und Granulatqualität zu ermitteln.

Versuchsmaterial Flotationskonzentrat K60 (Sylvin Rot)

Das Versuchsmaterial wird im weiteren Text als Sylvin Rot (USA) bezeichnet. Das Mineral Sylvin, aus dem das Flotationskonzentrat hauptsächlich besteht, kommt meist in Verbindung mit anderen Mineralen in Sedimentlagerstätten vor und wird häufig aus Sylvinit, einem Gestein aus Halit und Sylvin, gewonnen. Die Färbungen des Sylvins werden vor allem durch unterschiedliche Beimengungen hervorgerufen: gelblich und rötlich durch Fe-Oxide. Sylvin ist ebenso wie

Halit gut in Wasser löslich und besitzt hygroskopische Eigenschaften, wenn MgCl_2 beigemischt ist. Die Dichte von Sylvin ist etwas geringer als die von Halit und beträgt im reinen Zustand cir-

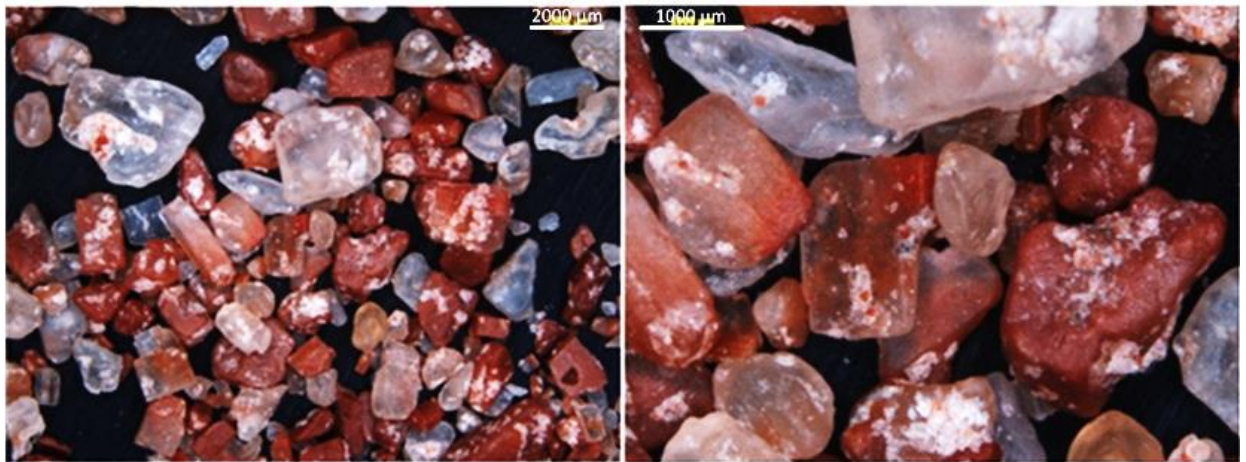


Abbildung 5-3 : Stereomikroskopische Aufnahme des Versuchsmaterials – Sylvin Rot (USA), Originalkörnung ca $1,99 \text{ g/cm}^3$. Mit einer Mohshärte von 1,5 bis 2 kann es als sehr weiches Mineral klassifiziert werden. Das Kristallsystem des Sylvins ist kubisch, deshalb werden meist würfelförmige Kristalle angetroffen [32].

In der Abbildung 5-3 kann man sehr deutlich sehen, dass das Versuchsmaterial aus vier verschiedenen Kornarten besteht:

- rote Körner (siehe Abbildung 5-4, a),
- weiße Körner (siehe Abbildung 5-4, b),
- gemischte (rot/weiß) homogene Körner (siehe Abbildung 5-4, c),
- agglomerierte (rot/weiß) Körner (siehe Abbildung 5-4, d).

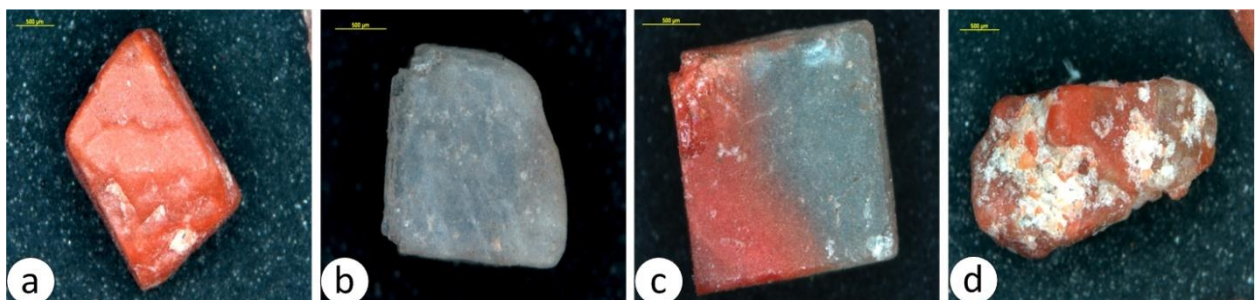


Abbildung 5-4 : Kornarten des Versuchsmaterials

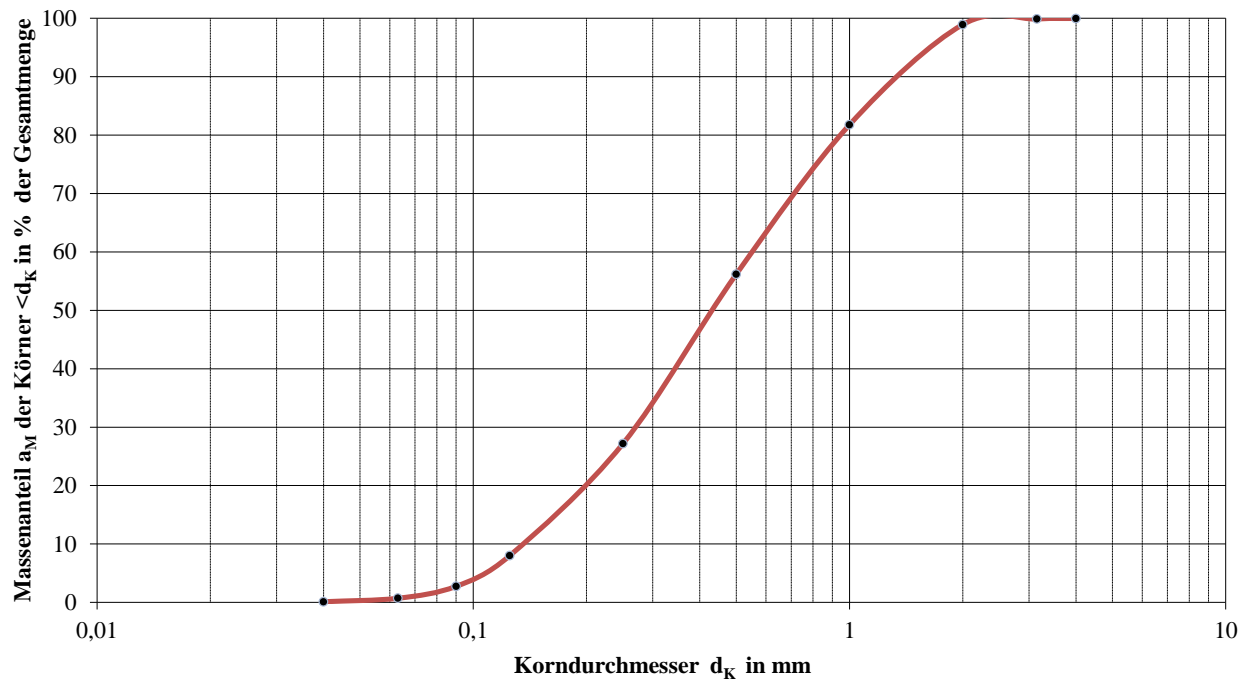


Abbildung 5-5 : Korngrößenverteilung des Versuchsmaterials nach der Homogenisierung

Das Versuchsmaterial wurde in vier Fässern (jedes 200 Liter) angeliefert. Die Korngrößenanalysen der aus den Fässern entnommenen Proben zeigten Unterschiede in den d_{50} , d_m -Werten von über 10%. Deshalb wurde entschieden, eine Homogenisierung des Versuchsmaterials durch Mischen vorzunehmen. Die Korngrößenverteilung des homogenisierten Mischgutes zeigt Abbildung 5-5. Für die Durchführung der Korngrößenanalyse wurde aus dem homogenisierten Mischgut eine repräsentative Probe mittels Probeteilung entnommen. Die Feuchtigkeit dieser Probe wurde mit Hilfe des Feuchtebestimmers M35 Sartorius (siehe Abbildung 0-2) ermittelt und beträgt ca. 0,5%.

Für das bessere Verständnis des Kompaktier- und Zerkleinerungsprozesses wurde des Weiteren eine REM-Analyse durchgeführt, um die Kornoberflächen sowie die chemische Zusammensetzung zu charakterisieren. Abbildung 5-6 und Anlage 4 zeigen am Beispiel eines roten Korns (siehe Abbildung 5-4, a), dass die ganze Kornoberfläche mit Mikrokristallen und deren Agglomeraten überzogen ist. Dieses Erscheinungsbild trifft auch grundsätzlich für die Körner des Sylvin Weiß zu (siehe Anlage 6). Das ist mit den Bedingungen des Flotationsprozesses zu verbinden. Bei der Flotation entstehen die Kristalle auf den Kornoberflächen aus gesättigter Lösung zur Reduzierung der freien Enthalpie des Stoffsystems.

Mit der REM – Analyse ergibt sich die Möglichkeit, die chemische Zusammensetzung des zu untersuchenden Materials zu ermitteln. Für das ausgewählte Korn (siehe Abbildung 5-6) wurden

vier Detektionen der chemischen Zusammensetzung durchgeführt. Das REM-Diagramm (siehe Abbildung 5-7) macht deutlich, dass das Material nicht nur die chemischen Elemente K, Cl und Na, sondern auch die Elemente Mg, Si, und Fe enthält. Aus den Analysedaten ergibt sich die in Anlage 5 präsentierte mittlere Oxydzusammensetzung.

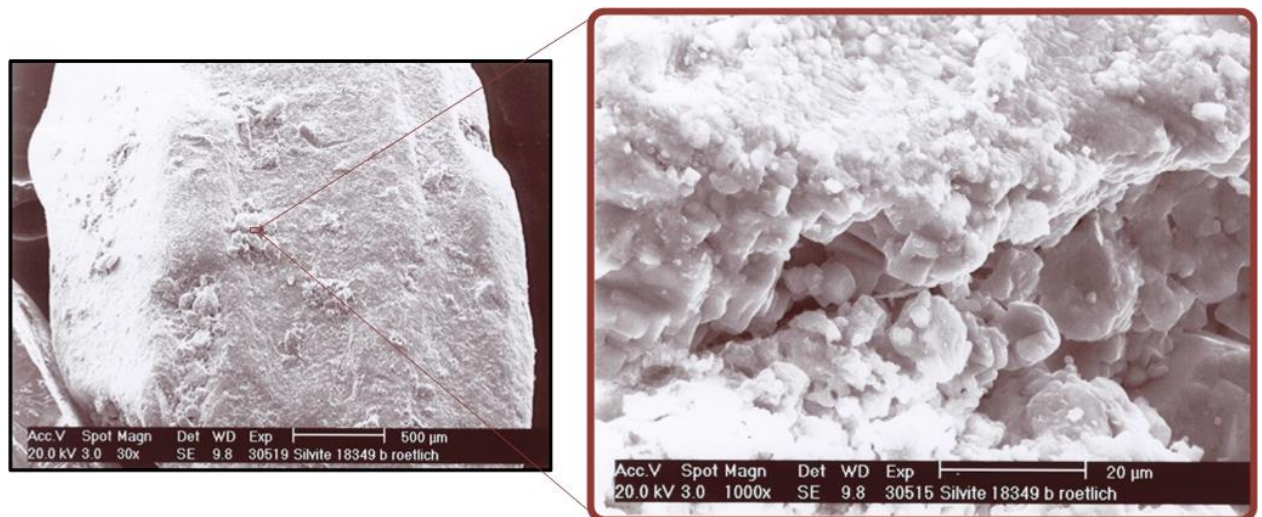


Abbildung 5-6 : REM - Aufnahme der Oberfläche des einzelnen Kornes (Sylvin Rot (USA))

Der für die Produktqualität maßgebliche K_2O -Gehalt beträgt im Mittel 45%, der Wertbereich für Fe_2O_3 bis 0,1%. Die Anwesenheit dieses Oxydes im Aufgabegut erklärt die rote Kornfarbe. Die Entstehung der färbungsgemischten Körner (siehe Abbildung 5-4) kann man durch Aggregation von roten und weißen (farblosen) Körner während des Kornwachstums oder durch die Anwesenheit der verschiedenen Elemente während des Kristallwachstums erklären.

Zum Vergleich enthält die Anlage 5 die aus REM-Daten ermittelte mittlere Oxydzusammensetzung für das Salz Sylvin Weiß. Die Abwesenheit des Eisenoxides (Fe_2O_3) im Sylvin Weiß bestätigt die Rolle dieses Oxydes für die rote Färbung von KCl-Produkten.

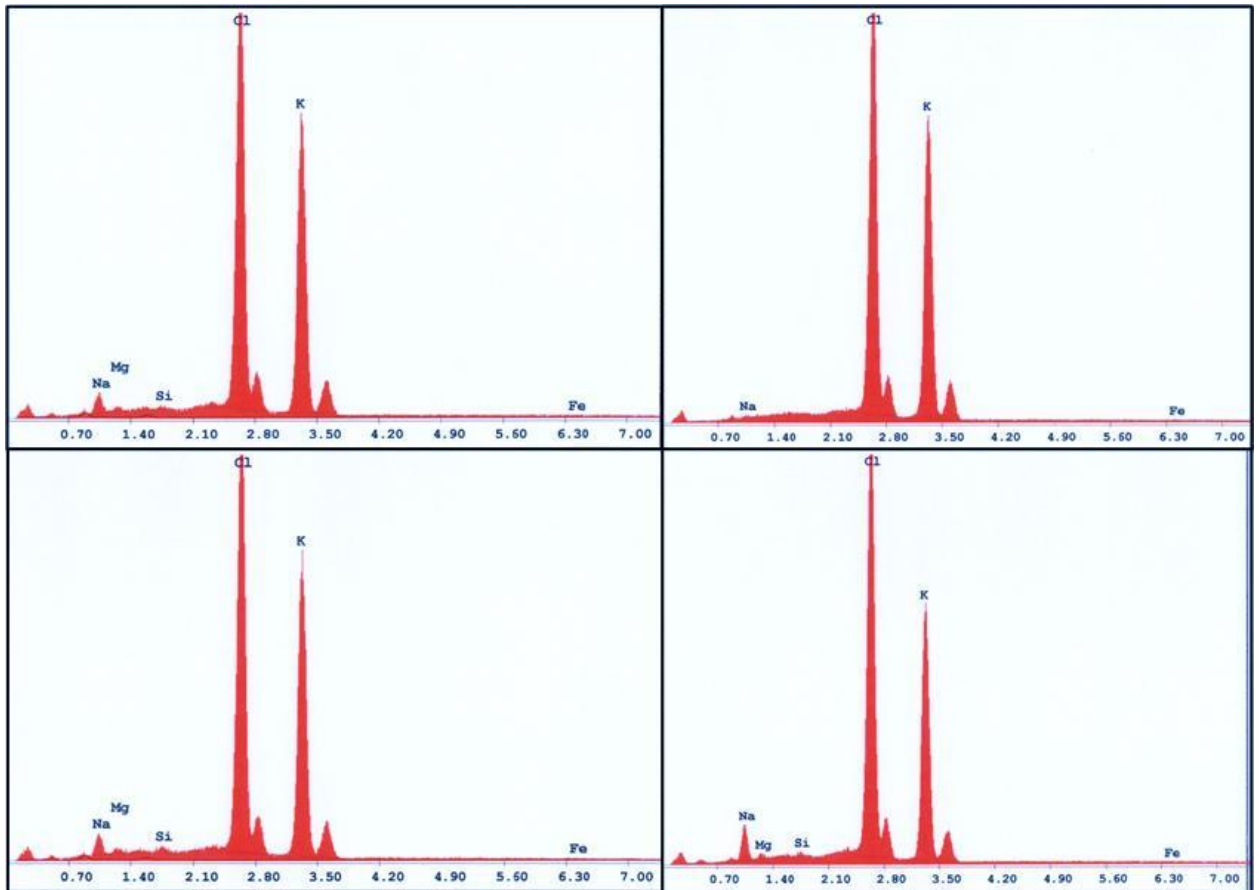


Abbildung 5-7 : REM - chemische Analyse, Sylvin Rot (USA)

Ergänzend zur REM-Analyse wurde eine Röntgenphasenanalyse für die Körner (a), (b) und (c) (siehe Abbildung 5-4) des Sylvins Rot (USA) durchgeführt. Anlage 7 zeigt das Ergebnis, welches Schwankungen im Kristallverhältnis Sylvin/Halit ausweist.

Ob die Unterschiede in der chemischen Zusammensetzung und Mineralphasenzusammensetzung der KCl-Produkt Sylvin Rot (USA) sowie Sylvin Weiß (USA) Einfluss auf die Kornhärte haben, von der das Kompaktieverhalten maßgeblich abhängt, sollten Härtemessungen nach Vickers offenbaren. Dazu wurde der Mikrohärteprüfer HMV-2000 der Firma Shimadzu eingesetzt. Die für die Härteprüfung benötigten Anschliffe stellte die Firma MKfactory her. Anhand von Vorprüfungen wurde die Prüfkraft F auf 0,01 N festgelegt. Die Ergebnisse sind in Anlage 8 zusammengefasst. Zum Vergleich sind die Härtewerte von Steinsalz, Gips und anderer Stoffe mit angegeben. Für die KCl-Produkte Sylvin Rot (USA), Körner (a), (b) und (c) (siehe Abbildung 5-4) und Sylvin Weiß (USA) sind keine signifikanten Unterschiede im Härtegrad festzustellen. Bemerkenswert ist die Diskrepanz zwischen einem Literaturwert von Sylvin und den an den untersuchten Proben gemessenen Härtewerten. Der Literaturwert ist fast 100% höher.

Der Amingehalt des Kalisalzes spielt eine wichtige Rolle bei der Kaligranulatherstellung (siehe Abbildung 5-8). Amine werden bei der Verarbeitung sylvinitischer Rohsalze mittels Flotationsverfahren als Flotationsreagenzien verwendet, wobei verfahrensbedingt eine homogene Verteilung des Amins auf den Oberflächen des Sylvinkonzentrates erreicht wird.

Da Amine eine gute Antibackwirkung durch Blockieren von Van der Waals-Kräften besitzen, wirkt sich die Restaminbeladung der Körner nach der Trocknung negativ auf den Kompaktierungsprozess aus.

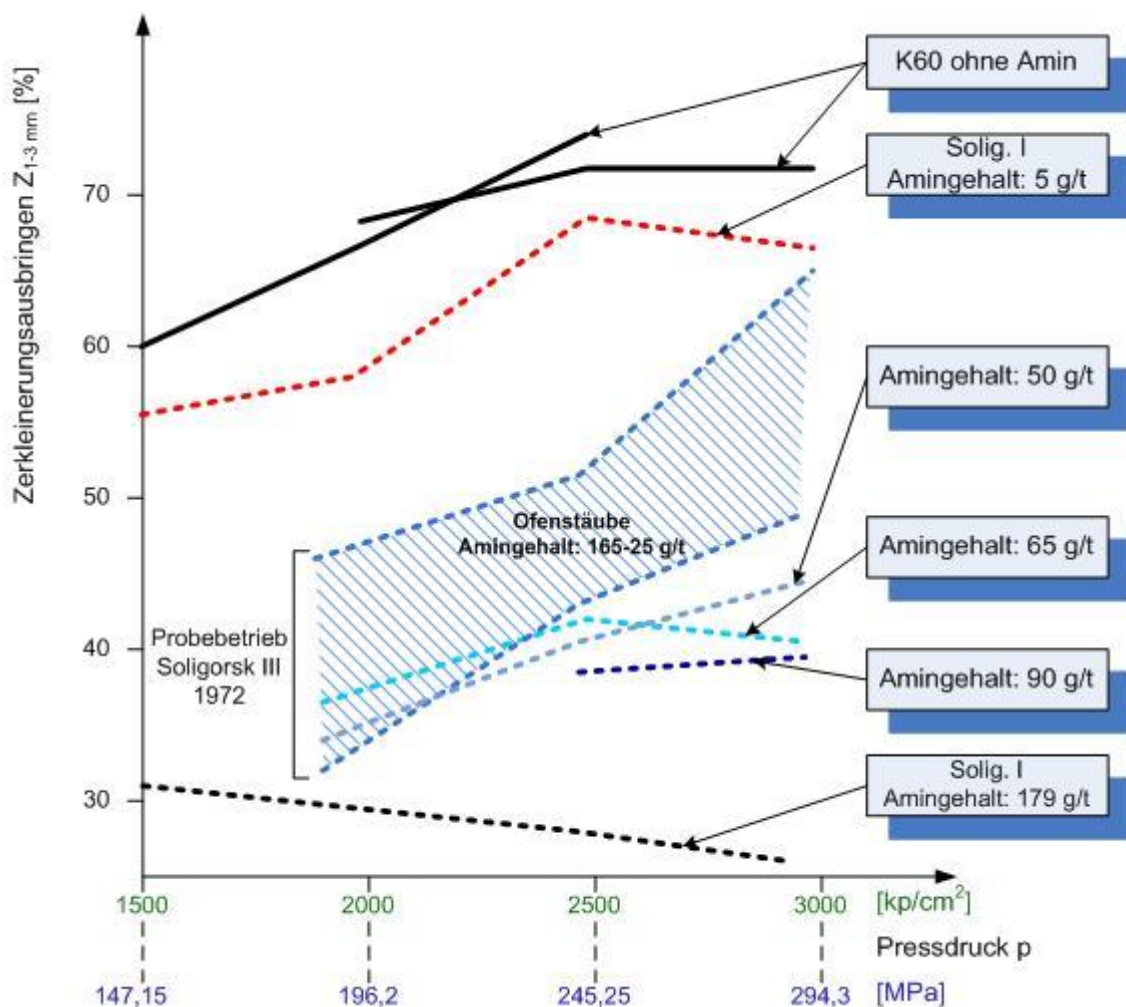


Abbildung 5-8 : Laborversuche mit Salzproben unterschiedlichen Amingehaltes [42]

Es entstehen schwächere Presslingsverbunde, die je nach Höhe des Amingehaltes eine mehr oder weniger deutlich sichtbare "Schichtstruktur" haben. Die Folgen sind ein ungünstiges Zerkleinerungsverhalten und eine abgeflachte, "splittige" Kornform sowie höhere Abriebwerte des Granulates [42].

Eine Amingehaltsprüfung für das Versuchsmaterial Sylvin Rot (USA) wurde von der Firma K-UTEC AG Salt Technologies durchgeführt. Im Prüfbericht (siehe Anlage 9) steht, dass der Amingehalt unter der Nachweisgrenze liegt.

Schlussfolgerungen

Zur stofflichen Charakterisierung des für die Optimierung des Kompaktier-/Zerkleinerungs-Verfahrens ausgewählten Kalisalzes Sylvin Rot (USA) wurden

- Korngrößenanalysen,
- REM-Analysen (Kornmorphologie, chemische Zusammensetzung),
- Röntgenbeugungsanalysen (Mineralphasen),
- Härteprüfungen,
- Bestimmung von Amin-Ablagerungen an den Kornoberflächen durchgeführt.

Gegenüber einem Vergleichsalz, Sylvin Weiß (USA), können bis auf den Fe_2O_3 -Gehalt keine signifikanten Unterschiede in den gemessenen Stoffeigenschaften festgestellt werden. Der Fe_2O_3 -Gehalt bedingt bei Sylvin Rot (USA) die Rotfärbung. Es ist daher logisch, dass sich die beiden Salze auch in ihren Kompaktiereigenschaften sehr ähneln, was durch Testpressungen mit einer hydraulischen Stempelpresse auch bestätigt werden konnte. Nicht zu begründen mit den Stoffparametern ist aber der bekannte Sachverhalt des schlechten Zerkleinerungsverhaltens von Presslingen aus Sylvin Rot (USA) unter praktischen Bedingungen. Weder die erzielbaren Granulatausbeuten noch die Granulatfestigkeit sind bei diesem Kalisalz für eine praktische Anwendung des Kompaktier-/Zerkleinerungs-Verfahrens ausreichend. Da hierfür bislang keine eliminierbaren stofflichen Ursachen gefunden werden konnten, ist es das Ziel der weiteren Untersuchungen, verfahrenstechnische Lösungen zu erkunden, um die Granulatausbeute und Granulatfestigkeit zu steigern.

5.2 BESCHREIBUNG DER VERSUCHSGERÄTE

In der Arbeit werden für die jeweiligen Vor- und Hauptversuche folgende Geräte verwendet:

- hydraulische Stempelpresse 100T (siehe Abbildung 5-9),
- Rotorflügelmühlen Record A (siehe Abbildung 5-12) und Record C (siehe Anlage 10),
- Schlagnasenmühle (siehe Abbildung 5-13),
- Hammerbrecher HAZEMAG Unirotor 490/380 (siehe Abbildung 5-14),
- Scheibenmühle (siehe Abbildung 5-15),
- Gerät für die Bestimmung der Abriebfestigkeit (siehe Abbildung 0-7),
- Siebmaschine Retsch VE 1000 (siehe Abbildung 0-1),
- Mehrfunktions-Prüfstand für die Bestimmung der Druck-, Biege- und Zugfestigkeit (siehe Abbildung 0-5),
- Gerät zur Dichtebestimmung (siehe Abbildung 0-6).

Im Weiteren folgt eine Kurzbeschreibung der oben genannten Geräte, die im Abschnitt 3.2 nicht erwähnt wurden.

Hydraulische Stempelpresse 100T und Vorwärmofen

Zur Kompaktierung des Materials wurde die hydraulisch betriebene Stempelpresse 100T des Instituts für Thermische Verfahrenstechnik, Umwelt- und Naturstoffverfahrenstechnik an der TU Bergakademie Freiberg genutzt (siehe Abbildung 5-9).



Abbildung 5-9 : Hydraulische Stempelpresse 100T [45]

In der Tabelle 5-2 sind wesentliche technische Daten der Presse, die mit geschlossener Pressform arbeitet, nachzulesen. Am Ober- und Unterstempel sowie dem Formzeug der Stempelpresse kann die Presstemperatur eingestellt werden. Das Material wurde mit Hilfe eines Vorwärmofens (siehe Abbildung 5-10) auf die gewünschte Temperatur gebracht, bevor es in die Pressform geschüt-

tet wurde. Für die Herstellung der zylindrischen Kalisalzpresslinge wurde ein Formzeug mit konischem Auslauf benutzt (siehe Abbildung 5-11). Der Vorteil dieses Formzeuges besteht darin, dass durch den konischen Auslauf die Presslinge langsamer expandieren und somit die für das Presslingsgefüge schädlichen Scherspannungen vermindert werden [49].

Tabelle 5-2 : Technische Daten der Stempelpresse 100T

Bezeichnung	Hydraulische Stempelpresse 100T
Hersteller	VEB Wema Zeulenroda
Formzeug	rund, \varnothing 50 mm, $S = 19,6 \text{ cm}^2$
Ober- und Unterstempel	\varnothing 50 mm
Pressdruck	bis 200 MPa
Presstemperatur	bis 200 °C



Abbildung 5-10 : Vorwärmofen [45]

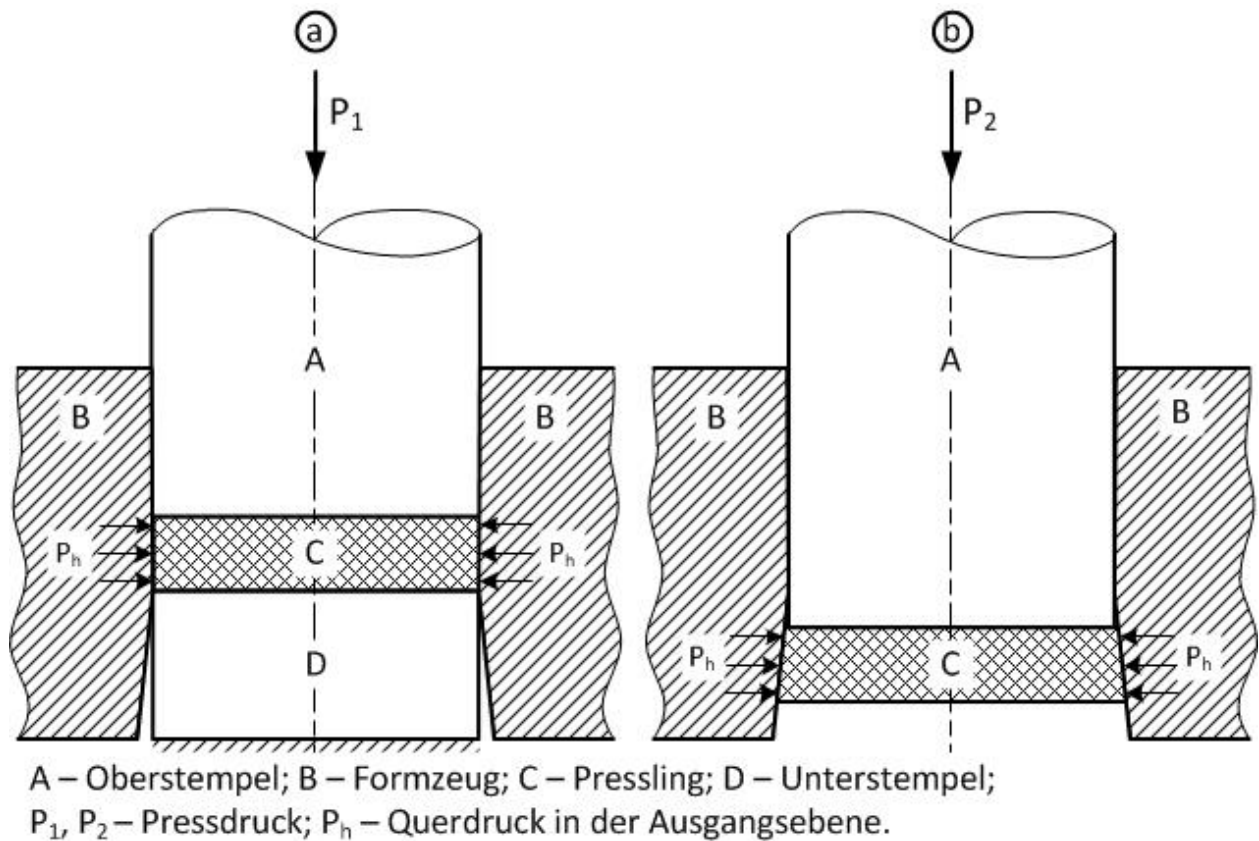


Abbildung 5-11 : Schematische Darstellung des Press- (a) und Ausstoßvorganges (b) bei konischem Auslauf der Pressform

Rotorflügelmühlen Record A und Record C

In dieser Mühle wird das Prallzerkleinerungsprinzip mit besonderen Vorkehrungen zur Verbesserung der Beanspruchungsbedingungen für die Zielgrößen Granulatausbeute und Granulatfestigkeit realisiert. Der Hauptvorteile der Rotorflügelmühle ist die Minderung der Anzahl an erforderlichen Prallbeanspruchungen bis zum Erreichen der gewünschten Granulatgröße bei gleichzeitiger Realisierung einer hohen Austrittswahrscheinlichkeit aus dem Mahlraum für das fertige Granulat. Zur Erreichung dieser, für die Zielgrößen günstigen Zerkleinerungsbedingungen tragen der ringförmige Austragsrost, der als Spaltrost ausgeführt ist (Cage Mill-Prinzip), sowie der mit den breiten Schlagelementen hervorgerufene Luftstrom bei.

Die Rotorflügelmühle Record A ist eine Technikumsmühle

(siehe Abbildung 5-12) mit einstellbarer Drehzahl und wechselbarem Ringrost. Die Rotorflü-



Abbildung 5-12 : Rotorflügelmühle Record A für die Presslingszerkleinerung [45]

gelmühle Record C hat die gleiche Konstruktion wie die Record A, ist nur wesentlich größer (siehe Anlage 10). Beide Mühlen haben eine zentrale, axiale Aufgabevorrichtung.

Schlagnasenmühle

Für die Nachzerkleinerung des Versuchsmaterials zur mechanischen Aktivierung wurde eine Schlagnasenmühle (siehe Abbildung 5-13) der Bauart Record (Rotordurchmesser 200 mm, Drehzahl $n = 2000 \text{ min}^{-1}$) verwendet. Es bestand die Möglichkeit, die Zerkleinerungsbedingungen durch Variation der Lochweite des Austragssiebes zu verändern.



Abbildung 5-13 : Schlagnasenmühle [45]

Hammerbrecher HAZEMAG Unirotor 490/380

Zur Zerkleinerung der Kalisalzpresslinge kam des Weiteren der Hammerbrecher Unirotor 490/380 der Firma HAZEMAG GmbH zum Einsatz (siehe Abbildung 5-14). In der Tabelle 5-3 sind die technischen Daten für den Hammerbrecher zusammengestellt.



Abbildung 5-14 : Hammermühle Unirotor 490/380 mit Beschickungseinheit [125]

Tabelle 5-3 : Technische Daten des Hammerbrechers [20]

Maschinen-Typ-Bezeichnung	Unirotor 490/380
Hersteller	HAZEMAG GmbH
Rotordurchmesser	Ø 500 mm
Rotorlänge	380 mm
Rotorschlagkreis	490 mm
Umfangsgeschwindigkeit	einstellbar bis 75 m/s
Austragssiebrost	wechselbar

Scheibenmühle

Dieser Mühlentyp ist vor allem auf eine Scherbeanspruchung des Mahlgutes ausgelegt. Es handelte sich um eine Labormühle, die wie die Schlagnasenmühle für die mechanische Aktivierung des Versuchsmaterials eingesetzt wurde (siehe Abbildung 5-15).

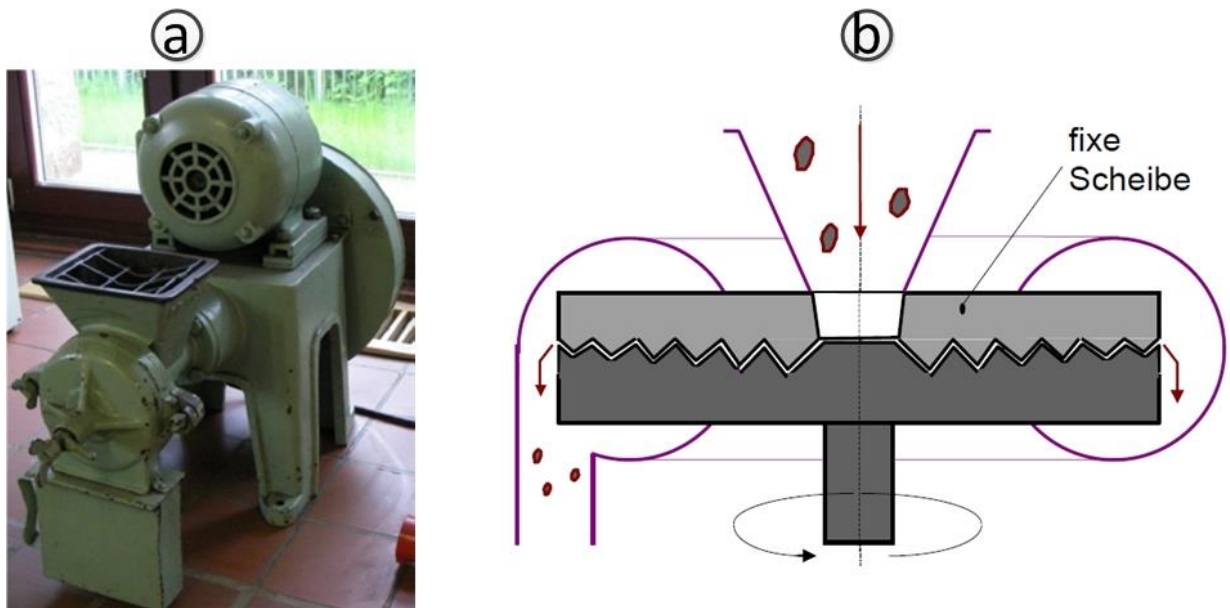


Abbildung 5-15 : a – Scheibenmühle (im Vordergrund das eigentliche Mahlorgan mit Flügelschraube und Kontermutter zur Spalteinstellung) [45], b – Prinzipskizze der Scheibenmühle [16]

5.3 MATHEMATISCH-STATISTISCHE VERSUCHSPLANUNG

Ziel der statistischen Versuchsplanung (SVP) ist die Bestimmung einer optimalen Versuchsanzahl, um mit geringem Aufwand maximale Informationen über die Zusammenhänge des untersuchten Systems zu generieren. Die Notwendigkeit dieser Methode der Prozessanalyse wird deutlich, wenn man die maximal mögliche Anzahl (N) an Versuchen für den Fall $k = 5$ (Einflussgrößen) und $n = 5$ (Niveaustufen) betrachtet. Es ergeben sich 3125 Versuche.

$$N = n^k = 5^5 = 3125 \quad (1)$$

Verwendet man einen zentral zusammengesetzten Versuchsplan zweiter Ordnung, so erhält man eine beherrschbare Versuchsanzahl von 43, um die Auswirkungen der Einfluss- auf die Zielgrößen mathematisch modellieren zu können. Anstatt einer schrittweisen Variation der Faktorenniveaus über die Versuchspunkte hinweg, das heißt man ändert den Wert eines Faktors und lässt die restlichen konstant, erlaubt der statistische Versuchsplan die Variation mehrerer Faktorenniveaus gleichzeitig. Die statistische Versuchsplanung bietet deshalb einen praktischen und ökonomischen Vorteil.

Zur Prozessanalyse eignen sich statistische Versuchspläne, wenn folgende Bedingungen vorliegen:

- relativ geringe Anzahl an Einflussgrößen (maximal 5),
- relativ kleine Variationsbereiche der Einflussgrößen,
- hohe Kosten bei der Versuchsdurchführung,
- Optimierung des Prozesses wird angestrebt.

Für die erfolgreiche Durchführung eines statistischen Versuchsplanes zur Gewinnung aussagekräftiger Informationen sind einige Restriktionen, die sich auch als Nachteil auswirken können, zu beachten:

- Vorkenntnisse über den Prozess,
- die Einflussgrößen müssen exakt auf die vordefinierten Niveaus des Versuchsplans einstellbar sein,
- Ungenauigkeit der Modelle am Rand der Einflussgrößenbereiche,
- begrenzte Extrapolierbarkeit der Modelle [51].

Generell sollte man mit der Extrapolation von Modellgleichungen außerhalb des untersuchten Variationsbereiches der Einflussgrößen vorsichtig umgehen oder besser darauf ganz verzichten, da sich die physikalischen Gegebenheiten verändern können. Es besteht deshalb die Gefahr sehr

ungenauer bis falscher Aussagen auf Basis der Modellgleichung. Ein Regressionspolynom beschreibt lediglich den stationären Prozesszustand und erkennt den naturgesetzlichen Zusammenhang nicht [31].

Ein kritischer Gesichtspunkt bei der praktischen Durchführung der Versuche ist die genaue Einstellung der Einflussgrößenwerte. Auch bei einer sorgfältigen Versuchsvorplanung und maximal möglicher Arbeitsgenauigkeit des Experimentators können Grenzen der Modellqualität in der Genauigkeit der verwendeten Apparate zur Prozessumsetzung und Messung liegen. Mit größerer Anzahl an Einflussgrößen wachsen die Zahl der notwendigen Versuche und der Aufwand pro Versuch. Zudem wirken sich bereits kleinere Abweichungen von den vorgegebenen Einflussgrößenniveaus aller Faktoren stärker auf die Streuung der Zielgröße aus.

Wie bereits angedeutet, wurde ein zentral zusammengesetzter Versuchsplan als Basis für die experimentellen Untersuchungen ausgewählt. Folgende Vorteile bietet dieser Versuchsplantyp:

- Nichtlineare Ansätze sind sicher berechenbar, da fünf Niveaustufen pro Einflussgröße berücksichtigt worden,
- Im Vergleich zu dreistufigen Versuchsplänen kann ein Streuwert der Zielgröße nicht grundlegend den Kurvenverlauf verfälschen,
- Mit zunehmender Anzahl der Einflussgrößen k steigt beim 3^k -Versuchsplan die Anzahl der notwendigen Versuche schneller als beim zentral zusammengesetzten Versuchsplan (siehe Tabelle 5-4).

Tabelle 5-4 : Versuchsanzahl für zwei unterschiedliche Arten von Versuchsplänen [51]

Anzahl der Faktoren (k)	Versuchsanzahl (N) für 3^k -Versuchsplan	Versuchsanzahl (N) für zentral zusammengesetzten Versuchsplan
2	9	9
3	27	15
4	81	25
5	243	43

Als möglicher Nachteil von zentral zusammengesetzten Versuchsplänen kann eine gewisse Modellungenauigkeit in den Ecken des Faktorraumes genannt werden. Der verwendete zentral zusammengesetzte Versuchsplan zweiter Ordnung ist orthogonal und nicht drehbar und ohne Blockbildung.

Modellgleichungen zweiter Ordnung enthalten unabhängige quadratische Glieder. Das übliche Vorgehen bei unbekannten Prozessen ist zunächst die Aufstellung eines Modells erster Ordnung, das heißt es werden nur lineare Zusammenhänge unterstellt, um die Richtung der Auswirkungen von Wertänderungen der Faktoren auf die Zielgröße mit geringerer Versuchsanzahl zu erfassen. Es soll damit ein Einflussranking der Faktoren möglich werden um zu prüfen, ob auf einzelne Faktoren im Versuchsplan verzichtet werden kann. Im nächsten Schritt wird der Versuchsplan zweiter Ordnung mit signifikanten Faktoren erstellt, um eine genauere Untersuchung der Zielgrößen zu ermöglichen. Bei verfahrenstechnischen Prozessen liegen selten lineare Zusammenhänge vor, eine Vielzahl von Faktoren wirkt komplex auf das Prozessergebnis ein.

Zur Untersuchung des Kompaktier-Zerkleinerungsverfahrens ist das beschriebene Vorgehen nicht notwendig. Da bereits zahlreiche Untersuchungen zur Kompaktier-Granulierung vorliegen und somit grundsätzliche Zusammenhänge bekannt sind, wurde sofort ein Versuchsplan zweiter Ordnung aufgestellt. Eine Beschreibung des Prozesses mit Hilfe von Gleichungen dritter oder höherer Ordnung ist als ineffizient einzustufen. Der zusätzliche Versuchsaufwand für Modelle dritter Ordnung würde den eher geringen Zugewinn an Informationen durch eine bessere Anpassung der Gleichung an die Experimentalergebnisse nicht rechtfertigen. Fraglich ist zudem, ob eine Funktion mit mehreren lokalen Optima im untersuchten Definitionsbereich physikalisch und technisch sinnvoll ist [31, 51].

Als zentral zusammengesetzt bezeichnet man Versuchspläne, deren Planteile Würfel- und Sternpunktversuche einen gemeinsamen Zentralpunkt, den Nullpunkt des transformierten Koordinatensystems besitzen [31]. Abbildung 5-16 stellt den Aufbau eines zentral zusammengesetzten Versuchsplanes mit drei Faktoren dar. Aus der Abbildung werden die fünf Niveaustufen je Einflussgröße im transformierten Plan deutlich. Dem Zentralpunkt ist das 0-Niveau aller Größen zugeordnet. An den Ecken des Würfels tragen alle drei Faktoren die Niveaus -1 oder +1 in den möglichen Variationen. Mit Hilfe der Sternpunkte auf den Faktorenachsen lässt sich die Fünfstufigkeit des Planes mit geringem zusätzlichem Versuchsaufwand realisieren, um eine höhere Aussage-

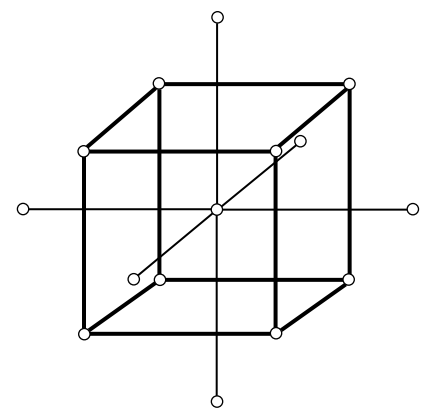


Abbildung 5-16 : Zentral zusammengesetzter Versuchsplan mit 3 Faktoren [31]

kraft des Modells zu erlangen. Das Niveau der zusätzlichen Punkte beträgt $-\alpha$ oder $+\alpha$. Außer bei Plänen mit zwei Einflussgrößen ist der α -Wert größer als eins. Die Einflussgrößen können nach der Berechnung des transformierten Polynoms im Wertebereich $-\alpha \leq X_i \leq +\alpha$ stufenlos variiert werden.

In den folgenden Gleichungen von 2 bis 5 wird die Gesamtanzahl der Versuche bestehend aus den Würfelpunktversuchen N_W , den Sternpunktversuchen N_{St} und dem Zentralpunktversuch N_0 ermittelt [31].

$$N_W = 2^k \quad (2)$$

$$N_{St} = 2k \quad (3)$$

$$N_0 = 1 \quad (4)$$

$$N = N_W + N_{St} + N_0 \quad (5)$$

Die aufgestellten Versuchspläne wurden ohne Blockbildung durchgeführt. Unter Blockbildung versteht man die Unterteilung eines Versuchsplanes in gleichberechtigte Blöcke, um Blockeffekte zu erfassen, die sich aus ungewollt veränderten systematischen Fehlern (Versuchsbedingungen) ergeben können [31].

Die Orthogonalität eines Versuchsplanes ermöglicht das Schätzen der Polynomglieder unabhängig voneinander. Das heißt, es bestehen keine Korrelationen zwischen den Gliedern. Um die Eigenschaft der Orthogonalität zu gewährleisten und damit einen symmetrischen Versuchsplan zu schaffen, müssen folgende Gleichungen 6-8 erfüllt werden, bei denen je Polynomglied eine Summation über alle Versuche stattfindet.

$$\sum X_i = 0 \quad (6)$$

$$\sum X_i X_j = 0 \quad (7)$$

$$\sum X_i^* = 0 \quad (8)$$

Die Basis zentral zusammengesetzter Pläne bildet ein 2^k -Plan, welcher aus den Würfelpunktversuchen besteht. Alle 2^k -Pläne sind orthogonal, sie erfüllen deshalb die Gleichungen (6) und (8) als Bedingungen für die Summen der linearen und bilinearen Glieder. Bei der reinen Summation der quadratischen Einflussgrößenwerte des Versuchsplanes ergibt sich jedoch keine Orthogonalität, da sich die negativen transformierten Einflussgrößenwerte quadriert zu positiven Zahlen ergeben und somit bei der Summation kein Ausgleich zwischen negativen und positiven Werten stattfinden kann, folglich gilt: $\sum X_i^2 \neq 0$. Um die Orthogonalität herzustellen, ist deshalb eine Korrektur der quadratischen Glieder des transformierten Polynoms notwendig.

$$X_i^* = X_i^2 - \frac{1}{c^*} \quad (9)$$

$$\frac{1}{c^*} = \frac{\sum X_i^2}{N} \quad (10)$$

Den Korrekturwert $\frac{1}{c^*}$ berechnet man über die Division der Quadratsumme der Einflussgrößen durch die Anzahl aller Versuche N . Alternativ ist dieser Wert direkt aus der Literatur [31] tabellarisch ablesbar. Angemerkt werden kann, dass die Quadratsummen aller k Einflussgrößen gleich

groß sind, was sich aus der symmetrischen Konstruktionsweise zentral zusammengesetzter Versuchspläne ergibt. Mit Hilfe des bestimmten Korrekturwertes (siehe Gleichung 10) lassen sich die korrigierten quadratischen Glieder X_i^* nach Gleichung 9 berechnet. Die Orthogonalität des Versuchsplanes gilt nur für das Polynom im transformierten Maßstab. Nach der Umwandlung der Faktorniveaus in die natürlichen Werte wird diese Eigenschaft aufgehoben [31].

Wenn ein orthogonaler Plan vorliegt und jeder Versuchspunkt nur einmal realisiert werden soll, lässt sich der Sternpunktastand α vom Koordinatenursprung folgendermaßen berechnen.

$$\alpha = \sqrt{0,5 \left(\sqrt{(2^k + 2k + 1) \cdot 2^k} - 2^k \right)} \quad (11)$$

Der Sternpunktastand α hängt von der Anzahl der Faktoren k ab. Mit zunehmendem k erhöht sich α zwar leicht unterproportional, das heißt α steigt bei größer werdenden k langsamer an, setzt sich aber immer deutlicher vom konstanten Würfelpunktniveau $= 1$ ab (siehe Tabelle 5-5).

Tabelle 5-5 : Sternpunktastand in Abhängigkeit von der Faktorenanzahl

Anzahl an Faktoren k	Sternpunktastand α
2	1,000
3	1,215
4	1,414
5	1,596
6	1,761
7	1,909
8	2,045

Aus dem Aufbau zentral zusammengesetzter Versuchspläne resultiert das Problem der Eckenvernachlässigung, welches in der Abbildung 5-17 zur besseren Verdeutlichung nur zweidimensional dargestellt wird. Das äußere Rechteck umgrenzt den gesamten Wertebereich der Einflussgrößen, welcher in der ermittelten Modellgleichung verwendet werden kann. Die schraffierten Gebiete in der Abbildung sind mit einer Modellunsicherheit verbunden. Da an den Ecken des Vierecks keine Versuche realisiert werden, bleiben somit die realen Verhältnisse unbekannt. Die Berechnung von Zielfunktionswerten mit Hilfe der Modellgleichung in den Eckbereichen des Faktorraumes kann fehlerbehaftet sein. Es sollten daher keine Zielfunktionswerte zur Systembeschreibung hinzugezogen werden, die sich aus Einflussgrößenwerten ermitteln, welche alle in der Nähe der unteren ($-\alpha$) oder oberen ($+\alpha$) Variationsbereichsgrenze liegen. Findet sich das Modelloptimum im Bereich der erhöhten Modellunsicherheit, so sollte dieser Modellpunkt kritisch

beurteilt werden. Zur Erlangung höherer statistischer Sicherheit wäre in diesem Falle eine Neuaufstellung des Modells mit angepassten oder verschobenen Variationsbereichen der Einflussgrößen zu empfehlen. Mit zunehmendem Umfang an Einflussgrößen und somit höheren α -Werten bilden sich bei zweidimensionaler Betrachtungsweise größere „Ecken“ mit Modellunsicherheiten aus, da der Abstand zwischen der Mitte einer Viereckkante der Würfelpunkte und dem jeweiligen Sternpunkt steigt. Es muss angemerkt werden, dass die Abbildung 5-17 zwar allgemein aussagekräftig ist, aber einen orthogonal nicht drehbaren zentral zusammengesetzten Versuchsplan mit zwei Faktoren grafisch nicht exakt widerspiegelt. Bei zwei Einflussgrößen tritt keine Eckenvernachlässigung auf, denn der Versuchsplan besteht aus einem durch die Versuchspunkte im Wertebereich „vollständig“ abgegrenzten Viereck. Die Sternpunkte liegen in diesem Fall in der Kantenmitte des gleichseitigen Rechtecks, somit können nur drei Niveaustufen benutzt werden, weil α den Wert 1 trägt.

Als drehbar bezeichnet man Pläne, deren Information in jeder Richtung vom Zentrum entfernt gleichwertig ist. Für alle äquidistant vom Zentrum entfernten Punkte besitzen die Schätzungen des Funktionswertes die gleiche Streuung beziehungsweise Varianz. Die in der Arbeit aufgestellten Versuchspläne besitzen keine Drehbarkeit, was eine einfache Bestimmung der Funktionskoeffizienten ermöglicht und weniger Versuche zur Folge hat [31].

Die Planmatrizen zentral zu-

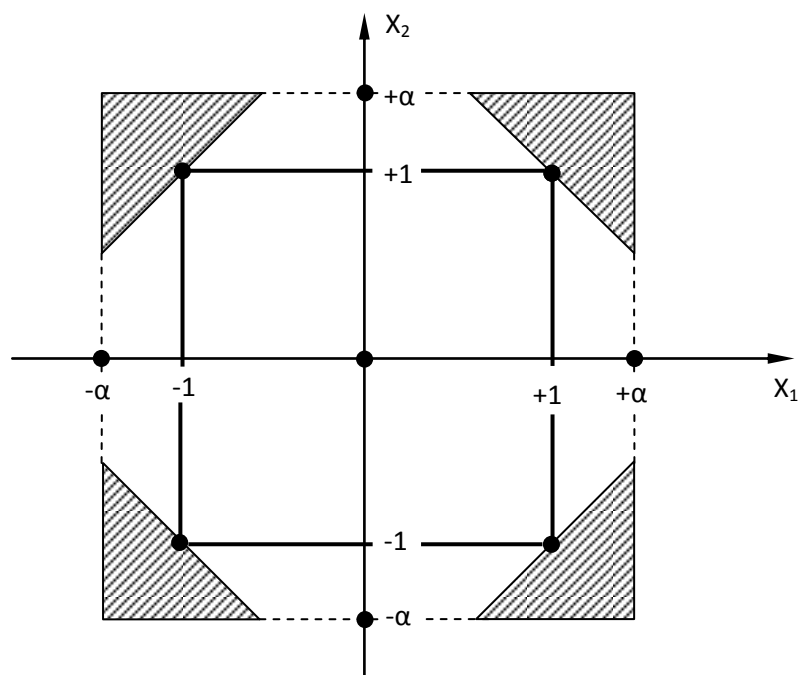


Abbildung 5-17 : Eckenvernachlässigung bei zentral zusammengesetzten Versuchsplänen (zweidimensionale Problem-betrachtung) [51]

sammengesetzter Versuchspläne lassen sich einfach ermitteln. Gesucht sind dabei die Kombinationen der fünf Stufen $-\alpha$, -1 , 0 , $+1$, $+\alpha$ in allen Versuchen des Planes. Zur Erklärung des Konstruktionsprinzips soll eine Planmatrix mit zwei Einflussgrößen betrachtet werden (siehe Tabelle 5-6). In der Spalte der Würfelpunkte eines Faktors wechseln sich die Niveaus -1 und $+1$ jeweils blockweise ab, bis die Gesamtzahl an Würfelpunkten erreicht ist. Es wird mit -1 begonnen. Für jede weitere Einflussgröße wird die vorhergehende Blockgröße mit dem Wert zwei potenziert.

Die Blockgröße B_{WP} der -1- respektive +1-Werte in allgemeiner Form kann deshalb über folgende Gleichung 12 bestimmt werden.

Tabelle 5-6 : Planmatrix eines zentral zusammengesetzten Versuchsplanes mit zwei Einflussgrößen

Matrixteil	Planmatrix		Versuchs-Nr.
	X_1	X_2	
Würfelpunkte	-1	-1	1
	1	-1	2
	-1	1	3
	1	1	4
Sternpunkte	$-\alpha$	0	5
	$+\alpha$	0	6
	0	$-\alpha$	7
	0	$+\alpha$	8
Zentralpunkt	0	0	9

$$B_{WP} = 2^{k-1} \quad (12)$$

Beispielsweise besteht die Matrixspalte einer dritten Einflussgröße bei einem Versuchsplan mit drei Faktoren innerhalb der Würfelpunkte aus vier -1- und vier +1-Werten. Die Anzahl der Blöcke für die i-te Einflussgröße eines k-faktoriellen Planes berechnet sich aus der folgenden Gleichung 13.

$$Anz_{B, i} = \frac{2^k}{2^{i-1}}, \quad i = 1 \dots k \quad (13)$$

Die größte Anzahl an Blöcken befindet sich in der Würfelpunktspalte der ersten Einflussgröße, für steigende i-Werte verringert sich dann die Anzahl der Blöcke bis in der letzten Würfelpunktspalte lediglich zwei Blöcke der Niveaus -1 und +1 anzutreffen sind. Der Matrixteil der Sternpunktversuche kann zeilenweise aufgebaut werden. Je Einflussgröße sind zwei Zeilen für die Sternpunktwerte $-\alpha$ und $+\alpha$ vorzusehen. Die Spalten der restlichen Faktoren bekommen dabei den Wert 0. Beim Zentralpunktversuch befinden sich alle transformierten Einflussgrößen auf dem 0-Niveau. Nach der Herstellung der gesamten Planmatrix mit nötiger Anzahl der Einflussgrößen (z. B. siehe Anlage 12) sollen die Versuche ungeordnet durchgeführt werden. Die Werte der erwarteten Zielgrößen müssen in die Planmatrix eingetragen werden, um das Modell für den zu untersuchenden Prozess aufstellen zu können.

Die Modellgleichung 14 wurde dem statistischen Versuchsplan zugrunde gelegt, um den Zusammenhang zwischen den Einflussgrößen und der jeweiligen Zielgröße mathematisch zu mo-

dellieren. Auf Dreifaktor-Wechselwirkungen und höhere Wechselwirkungen wurde im Polynom verzichtet, da diese keine zusätzlichen wichtigen Informationen liefern und sich deren Effekte in der Regel nicht von der Versuchsstreuung unterscheiden [31].

$$\hat{y} = b_0X_0 + b_1X_1 + b_2X_2 + \dots + b_iX_i + \dots + b_kX_k + b_{12}X_1X_2 + \dots + b_{ij}X_iX_j + \dots + b_{k-1;k}X_{k-1}X_k + b_{11}(X_1^2 - \frac{1}{c^*}) + b_{22}(X_2^2 - \frac{1}{c^*}) + \dots + b_{ii}(X_i^2 - \frac{1}{c^*}) + \dots + b_{kk}(X_k^2 - \frac{1}{c^*}) \quad (14)$$

$$c^* = \frac{N}{\sum X_i^2} \quad (15)$$

Die Berechnung der Koeffizienten der linearen, bilinearen und korrigierten quadratischen Polynomglieder sowie die Ermittlung des Absolutgliedes erfolgte über die Gleichungen von 16 bis 20. Der Planmatrix des statistischen Versuchsplanes wurde ein Spaltenvektor bestehend aus +1-Werten hinzugefügt (siehe Anlage 12), welcher dem Absolutglied b_0 im Regressionspolynom zu zuordnen ist. Da X_0 als Regressionskonstante für alle Versuche den Wert 1 besitzt, kann auf diese Spalte in der Versuchsplanmatrix auch verzichtet werden [31].

$$b_i = \frac{1}{\sum_1^N X_i^2} \sum_1^N X_i Y \quad (16)$$

$$b_{ij} = \frac{1}{\sum_1^N (X_i X_j)^2} \sum_1^N X_i X_j Y \quad (17)$$

$$b_{ii} = \frac{1}{\sum_1^N X_i^{*2}} \sum_1^N X_i^* Y \quad (18)$$

$$b_0 = \bar{y} - \frac{1}{c^*} \sum_1^k b_{ii} \quad (19)$$

$$\bar{y} = \frac{1}{\sum_1^N X_0^2} \sum_1^N X_0 Y \quad (20)$$

Die ermittelten Funktionen können aus dem transformierten in den untransformierten Zustand mit Hilfe folgender Rücktransmutationsbeziehung (siehe Gleichung 21) überführt werden.

$$X_i = \frac{(x_i - x_{m,i}) \cdot 2\alpha}{(x_{0,i} - x_{u,i})} \quad (21)$$

Durch Zusammenfassen der Gleichungsgrößen entsteht eine Modellgleichung, die „reine“ quadratische Polynomglieder ohne Korrekturwert enthält. In der untransformierten Modellgleichung (siehe Gleichung 22) können die realen Werte der Einflussgrößen unter Beachtung der festgelegten physikalischen Einheiten eingesetzt werden.

$$\hat{y} = b_0x_0 + b_1x_1 + b_2x_2 + \dots + b_ix_i + \dots + b_kx_k + b_{12}x_1x_2 + \dots + b_{ij}x_ix_j + \dots + b_{k-1;k}x_{k-1}x_k + b_{11}x_1^2 + b_{22}x_2^2 + \dots + b_{ii}x_i^2 + \dots + b_{kk}x_k^2 \quad (22)$$

5.4 VORVERSUCHE

5.4.1 ZIELSTELLUNG

Für die Durchführung der experimentellen Untersuchungen zur Optimierung des Kompaktier-/Zerkleinerungs-Verfahrens zur Kaligranulatherstellung sollen statistische Versuchspläne herangezogen werden, die unter minimalem Einsatz von Ressourcen, das heißt mit möglichst wenigen Versuchen, ein Prozessmodell durch Regression liefern. Allerdings erkaufte man sich den Vorteil, indem für eine erfolgreiche Anwendung nachfolgende Bedingungen zutreffen müssen [50]:

- Die Prozesse müssen zumindest in ihren Grundzusammenhängen verstanden sein. Gänzlich neue Prozesse lassen sich nicht untersuchen.
- Die Anzahl der untersuchten Einflussgrößen muss bekannt und überschaubar sein. Bereits bei fünf zu untersuchenden Faktoren werden die Versuchspläne sehr groß. Darüber geht die Übersichtlichkeit weitgehend verloren.
- Es sind Vorkenntnisse über die funktionellen Zusammenhänge bzw. die prinzipiellen Einflüsse nötig.
- Die Niveaustufen der Einflussgrößen müssen genau einstellbar sein und über den Versuchszeitraum konstant gehalten werden können.
- Die Variationsbereiche der Einflussgrößen sollten so klein wie möglich sein.

Die letzten beiden Bedingungen sind die wohl entscheidendsten für die erfolgreiche Anwendung statistischer Versuchspläne. Da es sich bei der Kalisalzgranulatherstellung um ein Verfahren mit zwei verfahrenstechnischen Grundoperationen handelt, müssen auch zwei statistische Versuchspläne erstellt werden. Der erste liefert ein Modell für die Kompaktierung und gibt Festigkeitskenngrößen sowie die Dichte der Agglomerate als Zielgrößen. Der zweite Versuchsplan dient der Aufstellung eines Modells für die Zerkleinerung. Hier sind die zuvor erhaltenen Festigkeitskenngrößen eine Teilmenge der Einflussgrößen, mit denen sich dann die Zielgrößen des Zerkleinerungsprozesses darstellen lassen. Zudem spielen natürlich Prozessparameter der Zerkleinerung eine Rolle. Nachfolgende Tabelle 5-7 stellt die in Frage kommenden Parameter übersichtlich zusammen.

Die Variationsbereiche für die Einflussgrößen sowie für die erwarteten Zielgrößen wurden auf praktische Betriebsbedingungen, die bei der Kaligranulatherstellung in der Kaliindustrie herrschen, abgestimmt.

Tabelle 5-7 : Einfluss- und Zielgrößen der statistischen Versuchspläne

Einflussgrößen Kompaktierung	Zielgrößen Kompaktierung	Einflussgrößen Zerkleinerung	Zielgrößen Zerkleinerung
Presstemperatur	Presslingsdruckfestigkeit	Presslingsfestigkeit	Granulatausbeute
Pressdruck	Presslingsbiegefestigkeit	Presslingsdicke	Granulatabriebfestigkeit
Pressdauer	Presslingsrohichte	Rotorumfangsgeschwindigkeit	
Körnung		Spaltweite Austragssieb/-rost	

Das Hauptziel der Vorversuche war die Überprüfung:

- der Eignung der vorhandenen Labor- und Technikumsanlagen zur Realisierung der geplanten Hauptversuche für die vordefinierten Variationsbereiche der Einflussgrößen,
- der Einstellbarkeit der Einflussgrößen mit den vorhandenen Labor- und Technikumsanlagen auf konstante Niveaus (keine Drift von Faktorwerten im Versuchszeitraum),
- der erforderlichen Qualität der herzustellenden Presslinge,
- der Auswahl des Kopplungsparameters für die Vereinigung der beiden Modelle Kompaktierung und Zerkleinerung,
- der Qualität und der Ausbeute des mit verschiedenen Zerkleinerungsmaschinen hergestellten Granulates, sowie die Auswahl des Zerkleinerungsapparates für die Hauptversuche und die Festlegung von eventuell notwendigen apparativen Ertüchtigungsmaßnahmen.

5.4.2 VERSUCHSABLAUF UND VERSUCHSDURCHFÜHRUNG

Kompaktierung

Zuerst wurde geprüft, ob man mit der hydraulischen Stempelpresse bei vorgegebenen Variationsbereichen für die Presstemperatur, die Pressdauer, den Pressdruck und die Presslingshöhe aus dem ausgewählten Versuchsmaterial (Sylvin Rot (USA)) sowie aus dem Vergleichsmaterial Sylvin Weiß (USA) qualitätsgerechte Presslinge herstellen kann. Da in Praxis die Festigkeit der Pressprodukte (Folien, Schülpen) nicht gemessen wird, musste die Feststellung der Qualitätserfüllung zunächst auf die Presslingsrohdichte beschränkt werden. Diese sollte zwischen 1,9 und 2,0 g/cm³ liegen. Die untersuchten Variationsbereiche sind in Tabelle 5-8 zusammengestellt.

Tabelle 5-8 : Ausgangsbedingungen zur Durchführung der Pressvorversuche

Einflussparameter	Randbedingungen	
	Min	Max
Pressdruck p , [MPa]	80	160
Presstemperatur ϑ_p , [°C]	80	140
Pressdauer t_p , [s]	1	6
Presslingshöhe h_A , [mm]	20	20

Der Wertebereich für die Pressdauer musste abweichend von industriellen Gegebenheiten festgelegt werden. Üblicherweise beträgt die effektive Pressdauer bei Walzenpressen, die mit üblichen Umfangsgeschwindigkeiten betrieben werden, nicht mehr als 1 s. Entsprechend kurze Presszeiten lassen sich aber mit der hydraulischen Stempelpresse nicht definiert einstellen. Da die Pressdauer als prinzipieller Kompaktierparameter unbedingt mit untersucht werden sollte, wurde wie angegeben verfahren.

Den Versuchsablauf für die Herstellung der Presslinge zeigt das Schema in Abbildung 5-18. Bei Presstemperaturen über 100°C und Pressdrücken über 120 MPa wurden der Pressstempel und

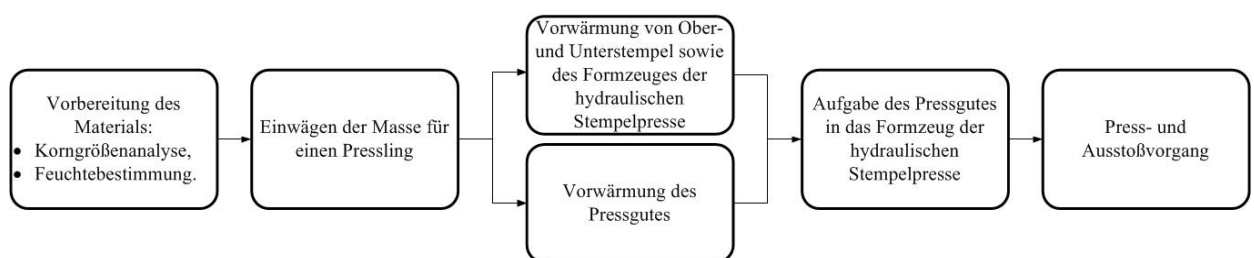


Abbildung 5-18 : Schema der Kalisalzpresslingsherstellung mit der hydraulischen Stempelpresse

das Formzeug mit einer Graphit-Öl-Emulsion geschmiert, um Anhaftungen von Pressgut an dem Presswerkzeug zu vermeiden. Anlage 11 zeigt, dass unter maximalen Werten der Faktoren (siehe Tabelle 5-8) und unter Zuhilfenahme der Schmierung des Formzeuges die Herstellung unversehrter rissfreier Presslinge gelingt. Ohne Schmierung hatten die Presslinge sichtbare Risse. Teilweise war auch "Deckelbildung" an der Oberseite festzustellen.

Die Pressvorversuche wurden auf Basis eines statistischen Versuchsplanes realisiert. Die Einfluss- und Zielgrößen sind in Tabelle 5-9 zusammengestellt.

Tabelle 5-9 : Einfluss- und Zielgrößen für SVP Nr. 1

		Symbol	Einheit	Symbol für SVP	Variationsbereich
Zielgrößen	Presslingsdruckfestigkeit	σ_p	MPa	y_1	-
	Presslingsrohdichte	ρ_{roh}	g/cm ³	y_2	-
	Presslingsbiegefestigkeit	σ_{biege}	MPa	y_3	-
Einflussgrößen	Presstemperatur	ϑ_p	°C	x_1	80-140
	Pressdruck	p	MPa	x_2	80-160
	Pressdauer	t_p	s	x_3	1-6
	Körnung	d	mm	x_4	0,4/0-1,4/0

Der ausgewählte Versuchsplan hat die Merkmale zentral, zusammengesetzt, orthogonal, nicht drehbar, ohne Blockbildung. Die Gesamtversuchsanzahl (N) ergibt sich mit den Gleichungen 2 bis 5 zu 25. Aus der Tabelle 5-5 folgt, dass der α -Wert für diesen Versuchsplan mit vier Einflussgrößen (k=4) 1,414 beträgt. In der Tabelle 5-10 sind die einzustellenden transformierten und realen Niveaustufen der Faktoren ausgegeben. Das 0-Niveau eines Faktors berechnet sich aus dem Mittelwert von unterer und oberer Variationsbereichsgrenze. Auf Grundlage der Strahlensatzbeziehung zwischen transformierten und realen Werten lassen sich die Werte der Niveaus -1 und +1 mit Hilfe folgender Gleichung 23 ermitteln.

$$x_{+1/-1,i} = x_{m,i} \pm \frac{x_{o,i} - x_{m,i}}{\alpha} \quad (23)$$

Dabei ist $x_{m,i}$ der Wert des 0-Niveaus und $x_{o,i}$ die obere Variationsbereichsgrenze der Einflussgröße i.

Tabelle 5-10 : Niveaustufen der Einflussgrößen für SVP Nr. 1

	ϑ_p [°C]	p [MPa]	t_p [s]	d [mm]
Variationsbereich	80 bis 140	80 bis 160	1 bis 6	0-0,4 bis 0-1,4
-α-Niveau	80	80	1	0-0,4
-1-Niveau	88,78	91,71	1,73	0-0,56
0-Niveau	110	120	3,5	0-0,9
+1-Niveau	131,22	148,29	5,27	0-1,25
α-Niveau	140	160	6	0-1,4

Bei der Bestimmung der Niveauwerte des Faktors d wurde der -1-Niveauwert anstatt auf 0,55/0 auf 0,56/0 gesetzt, weil der ausgerechnete -1-Niveauwert (0,55) nicht der standardisierten Reihe für die Siebdrahtgewebe (DIN ISO 3310-1 [8]) entspricht. Der Unterschied zwischen vorgeschriebenem und aufgewandtem Wert beträgt 1,8%. Die Vorversuche sollen zeigen, ob die Abweichung im Hinblick auf eine hohe Modellgüte zulässig ist.

Den kompletten Aufbau des statistischen Versuchsplanes (SVP Nr. 1) für die Vorversuche zum Kompaktierprozess enthält die Anlage 12. Für die Durchführung der Pressversuche wurde eine vereinfachte Versuchsplantabelle (siehe Abbildung 5-20) verwendet.

Nach Ermittlung der Zielgrößenwerte werden diese in die Versuchsplantabelle eingetragen. Im Interesse der Modellgüte (R_{sqr}) wurden für jeden der 16 Hauptversuche und 9 Zusatzversuche (α -Niveaus) jeweils 30 Presslinge hergestellt. Da bei der Festigkeitsprüfung die Presslinge zerstört werden, standen jeweils 15 Presslinge für die Druckfestigkeitsmessung und 15 Presslinge für die Biegefestigkeitsmessung zur Verfügung. Mit dieser Anzahl an Messwerten pro Versuchspunkt konnte der Einfluss zufälliger Abweichung hinreichend eingeschränkt werden. Die Rohdichte der Presslinge wurde zunächst aus den Presslingsabmessungen nach Gleichung 24 als Mittelwert aus 15 bzw. 30 Presslingen berechnet.

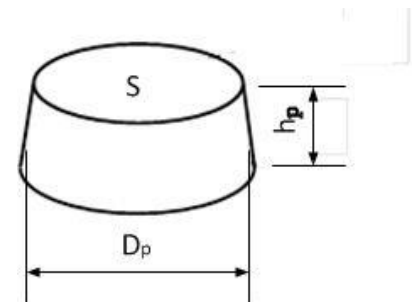


Abbildung 5-19 : Schematische Darstellung des Presslings

$$\rho_{Roh} = m_1 / \frac{\pi \cdot D_p^2}{4} \cdot h_p \quad (24)$$

Aber diese berechneten Werte spiegelten nicht die Realitätswerte der Presslingsrohichte wider, weil viele von ihnen den Wert der Dichte von Sylvin im reinen Zustand (ca. 1,99 g/cm³) überstiegen (siehe Abbildung 5-20). Deshalb wurde entschieden, die Rohdichte der Presslinge im

Ölbad nach dem archimedischen Prinzip (siehe Abschnitt 3.2) zu ermitteln. Hierzu wurde nur jeweils ein halber Pressling (siehe Anlage 13), der schon einmal dem Biegeversuch unterzogen war, verwendet.

№	Mittelwerte der Zielgröße					Versuchsplan			
						x_1 ϑ_p [°C]	x_2 p [MPa] (Digitalanzeiger UP550)	x_3 t_p [s]	x_4 d [mm]
	y_1 σ_p [MPa]	y_2 ρ_{roh} [g/cm³]			y_3 σ_{biege} [MPa]				
		MW(30)	MW(15)	MW(Arch.)					
1	54,5	2,015	1,999	1,930	3,5	88,78	91,71(54,14)	1,73	0,56/0
2	54,5	2,004	2,003	1,938	4,1	131,22	91,71(54,14)	1,73	0,56/0
3	60,3	2,038	2,037	1,948	4,5	88,78	148,29(67,02)	1,73	0,56/0
4	62,5	2,064	2,059	1,982	5,5	131,22	148,29(67,02)	1,73	0,56/0
5	53,1	2,019	1,996	1,938	3,7	88,78	91,71(54,14)	5,27	0,56/0
6	54,6	1,994	1,994	1,948	4,3	131,22	91,71(54,14)	5,27	0,56/0
7	62,2	2,053	2,049	1,974	4,6	88,78	148,29(67,02)	5,27	0,56/0
8	58,9	2,033	2,033	1,982	7,0	131,22	148,29(67,02)	5,27	0,56/0
9	56,8	1,992	1,992	1,914	2,2	88,78	91,71(54,14)	1,73	1,25/0
10	59,5	2,013	2,010	1,944	2,9	131,22	91,71(54,14)	1,73	1,25/0
11	60,2	2,048	2,050	1,962	3,5	88,78	148,29(67,02)	1,73	1,25/0
12	64,8	2,045	2,049	1,978	4,8	131,22	148,29(67,02)	1,73	1,25/0
13	47,1	1,997	1,997	1,918	2,4	88,78	91,71(54,14)	5,27	1,25/0
14	45,3	2,020	2,016	1,954	4,2	131,22	91,71(54,14)	5,27	1,25/0
15	53,9	2,056	2,050	1,968	4,2	88,78	148,29(67,02)	5,27	1,25/0
16	55,4	2,040	2,043	1,982	5,7	131,22	148,29(67,02)	5,27	1,25/0
17	53,1	2,017	2,008	1,960	3,4	80,00	120(60,80)	3,50	0,9/0
18	54,0	2,004	2,004	1,964	4,1	140,00	120(60,80)	3,50	0,9/0
19	47,5	1,986	1,982	1,932	3,3	110,00	80(51,90)	3,50	0,9/0
20	55,8	2,021	2,022	1,976	4,0	110,00	160(69,60)	3,50	0,9/0
21	53,7	2,006	2,000	1,966	3,7	110,00	120(60,80)	1,00	0,9/0
22	54,0	2,010	2,010	1,958	4,5	110,00	120(60,80)	6,00	0,9/0
23	59,8	2,014	2,002	1,970	4,8	110,00	120(60,80)	3,50	0,4/0
24	52,8	2,012	2,018	1,966	3,5	110,00	120(60,80)	3,50	1,4/0
25	53,4	2,021	2,029	1,966	4,7	110,00	120(60,80)	3,50	0,9/0

MW	55,5	2,021	2,018	1,957	4,1
MIN	45,3	1,986	1,982	1,914	2,2
MAX	64,8	2,064	2,059	1,982	7,0
s	4,7750	0,0212	0,0224	0,0198	1,0259
s²	22,8006	0,0004	0,0005	0,0004	1,0525
V, [%]	8,6	1,0	1,1	1,0	24,8

Abbildung 5-20 : Versuchsplantabelle SVP Nr. 1

Der Versuchsplan SVP Nr. 1 für die Vorversuche liefert ein Polynommodell der allgemeinen Form:

$$\hat{y} = b_0X_0 + b_1X_1 + b_2X_2 + b_3X_3 + b_4X_4 + b_{12}X_1X_2 + b_{13}X_1X_3 + b_{14}X_1X_4 + b_{23}X_2X_3 + b_{24}X_2X_4 + b_{34}X_3X_4 + b_{11}(X_1^2 - 0,8) + b_{22}(X_2^2 - 0,8) + b_{33}(X_3^2 - 0,8) + b_{44}(X_4^2 - 0,8) \quad (25)$$

Die Berechnung der Modellkoeffizienten erfolgte zweistufig:

- Es werden unter Zuhilfenahme der Gleichungen 16 – 20 sowie der Hilfstabelle des Versuchsplanes die Modellkoeffizienten berechnet. Das so erhaltene Modell wird als „Grobmodell“ betrachtet.
- Das „Grobmodell“ wird in einem zweiten Schritt per Regression optimiert.

Für die Optimierungsregression ist es sinnvoll, leistungsfähige Computersoftware zu nutzen. Als geeignet erwies sich das Programm „SigmaSTAT“ der Firma Systat Software GmbH.

Die aus dem Versuchsplan nach den Gleichungen 16 bis 20 berechneten Modellkoeffizienten enthält Tabelle 5-11 zunächst in transformierter Form.

Tabelle 5-11 : Modellkoeffizienten (transformiert), SVP Nr. 1

Modellkoeffizient	Zielgröße 1 (Presslings- druckfestigkeit)	Zielgröße 2 (Presslingsrohdichte (nach Arch. Prinzip))	Zielgröße 3 (Presslings- biegefestigkeit)
b_0	52,0072	1,9681	4,0362
b_1	0,4396	0,0081	0,5418
b_2	3,2198	0,0177	0,6702
b_3	-2,1097	0,0029	0,3148
b_4	-1,3629	-0,0013	-0,4594
b_{12}	0,1648	-0,0007	0,1610
b_{13}	-0,7123	-0,0013	0,1667
b_{14}	0,4150	0,0022	0,0588
b_{23}	0,4882	0,0003	0,0792
b_{24}	-0,1046	0,0018	0,0353
b_{34}	-2,3003	-0,0013	0,0564
b_{11}	0,9401	-0,0033	-0,0534
b_{22}	0,0135	-0,0073	-0,1102
b_{33}	1,1096	-0,0033	0,1371
b_{44}	2,3110	-0,0003	0,1440

Die Rücktransformation für den Einsatz der Original-Niveaustufen der Faktoren erfolgte mit Gleichung 21. Die Ergebnisse enthält Tabelle 5-12.

Diese Modellkoeffizienten sind bereits eine gute Schätzung für die „wahren“ Modellparameter der Grundgesamtheit. Mit dem Programm „SigmaSTAT“ gelingt eine noch bessere Anpassung an die gemessenen Zielgrößenwerte. Das Programm „SigmaSTAT“ erlaubt auch die Überprüfung der Signifikanz der Modellparameter. Damit lässt sich das Polynom-Modell weiter vereinfachen. Die regressionsoptimierten Modellparameter enthält Tabelle 5-13.

Tabelle 5-12 : Modellkoeffizienten (rücktransformiert), SVP Nr. 1

Modellkoeffizient	Zielgröße 1 (Presslings- druckfestigkeit)	Zielgröße 2 (Presslingsrohdichte (nach Arch. Prinzip))	Zielgröße 3 (Presslings- biegefestigkeit)
b_0	78,21850	1,640703	4,24610
b_1	-0,45500	0,001992	-0,00320
b_2	0,05480	0,002760	0,01850
b_3	0,55090	0,013993	-0,88900
b_4	-29,07480	-0,002079	-4,97350
b_{12}	0,00030	-0,000001	0,00030
b_{13}	-0,01900	-0,000035	0,00440
b_{14}	0,05530	0,000293	0,00780
b_{23}	0,00980	0,000006	0,00160
b_{24}	-0,01050	0,000179	0,00350
b_{34}	-3,67940	-0,002079	0,09020
b_{11}	0,00210	-0,000007	-0,00012
b_{22}	0,00002	-0,000009	-0,00014
b_{33}	0,35500	-0,001055	0,04390
b_{44}	18,48240	-0,002399	1,15170

Anzumerken ist, dass durch die Regressionsoptimierung die Koeffizienten nur quantitativ in ihrem Zahlenwert modifiziert wurden. Die Qualität, also das Vorzeichen, wurde in keinem Fall geändert. Dies ist von Bedeutung, da trotz aller mathematisch begründeten Anpassung an die Messwerte natürlich die physikalisch begründeten Ursache-Wirkungs-Prinzipien nicht in Frage gestellt werden dürfen. Die Anlage 16 zeigt eine Gesamtansicht des optimierten mathematisch-statistischen Modells (SVP Nr. 1) für den Kompaktierprozess.

Bei der Regressionsoptimierung wurde die Güte (R_{sqr}) des Modells für jede Zielgröße im Programm „SigmaSTAT“ automatisch ausgerechnet und in den jeweiligen Protokollen der Regressionsanalyse (siehe Anlage 14, Beispiel Druckfestigkeit) angegeben. Unter der Modellgüte versteht man die Fähigkeit des Modellierungsansatzes, die im Experiment ermittelten, realen Messwerte abzubilden. Grundsätzlich gilt, dass kompliziertere Modelle auch bessere Modellgüten darstellen können. Allerdings ist es auch notwendig, die Modelle so einfach wie möglich zu halten, um mit der dadurch erreichten Beherrschbarkeit gut anwendbar zu sein. Als mathematische Kennzahl der Modellgüte hat sich der Kennwert R_{sqr} bewährt:

$$R_{sqr} = 1 - \frac{\sum (y_{i,gemessen} - y_{i,modelliert})^2}{\sum (y_{i,gemessen} - y_{i,Mittelwert,gemessen})^2} \quad (26)$$

Tabelle 5-13 : Mittels Regression optimierte Modellkoeffizienten (rücktransformiert), SVP Nr. 1

Modellkoeffizient	Zielgröße 1 (Presslings- druckfestigkeit)	Zielgröße 2 (Presslingsrohddichte (nach Arch. Prinzip))	Zielgröße 3 (Presslings- biegefestigkeit)
b ₀	84,541	1,631	4,692
b ₁	-0,482	0,00198	-0,00595
b ₂	0,0395	0,00276	0,0167
b ₃	0,538	0,0140	-0,903
b ₄	-29,934	-0,0479	-5,094
b ₁₂	0,000274	-0,0000012	0,000268
b ₁₃	-0,0190	-0,0000341	0,00444
b ₁₄	0,0567	0,000306	0,00818
b ₂₃	0,00975	0,00000562	0,00158
b ₂₄	-0,0106	0,000183	0,00377
b ₃₄	-3,780	-0,00206	0,0925
b ₁₁	0,00220	-0,00000735	-0,000107
b ₂₂	0,0000817	-0,00000913	-0,000131
b ₃₃	0,372	0,00106	0,0456
b ₄₄	18,945	-0,00233	1,159

Die Abweichungen zwischen Modellwerten und Messwerten werden hier quadriert aufsummiert und zur Vergleichbarkeit auf die Quadratsumme der Abweichungen der Messwerte zu ihrem eigenen Mittelwert bezogen. Ein Abzug vom Wert 1 sorgt dafür, dass gute Modellqualität mit einem hohen Zahlenwert einhergeht.

Der Wertebereich für R_{sqr} liegt zwischen 0 und 1. Für die untersuchten drei Zielgrößen erreichen die Regressionsmodelle folgende Güte (siehe Tabelle 5-14):

Tabelle 5-14 : Modellgüten für die Zielgrößen (SVP Nr. 1)

	Zielgröße 1 (Druckfestigkeit)	Zielgröße 2 (Rohddichte)	Zielgröße 3 (Biegefestigkeit)
R_{sqr}	0,910	0,913	0,893

Grundsätzlich sind Modelle ab einem $R_{\text{sqr}} = 0,8$ verwendbar. Dieser Gütekennwert wird von dem für die Vorversuche aufgestellten Kompaktiermodell bei jeder Zielgröße weit übertroffen, sodass man insgesamt von einer hohen Modellgüte sprechen kann.

Der Versuchsplan SVP Nr. 1 zu den Vorversuchen des Kompaktierprozesses diente der Überprüfung der Voraussetzungen für die Anwendbarkeit von statistischen Versuchsplänen für diesen Prozess. Deshalb wurden Haupteffekte und Wechselwirkungen der Einflussgrößen sowie grafische Darstellung zu Zielgrößentrends noch nicht diskutiert. Das aus diesem Versuchsplan erhaltene Modell wurde zur Festlegung der Herstellungsbedingungen für die Zerkleinerungsvorversuche benötigt.

Zerkleinerung

Die Voruntersuchungen zum Zerkleinerungsprozess konnten nicht mit Hilfe der statistischen Versuchsplanung durchgeführt werden, weil dafür die versuchstechnischen Voraussetzungen noch nicht gegeben waren. Um diese zu finden, wurden einfache Faktorpläne für die Einflussgrößen Presslingsbiegefestigkeit und Presslingshöhe bezüglich der Presslingsqualität sowie Rotorumfangsgeschwindigkeit und Weite des Austragsrostes bezüglich der getesteten Mühlen konzipiert. Als Zielgröße diente zunächst nur die Granulatausbeute, wobei als Orientierung aus der industriellen Praxis eine Granulatausbeute für die Fraktion 2-4 mm von mindestens 20% und für die Fraktion 1-4 mm von mindestens 30% vorgegeben ist. Die Granulatfestigkeit wurde noch nicht betrachtet, weil es Möglichkeiten gibt, dieses Qualitätsmerkmal durch eine Granulatnachbehandlung zu gewährleisten. Die Voruntersuchungen dienten hauptsächlich der Auswahl einer geeigneten Versuchsmaschine sowie der Festlegung praxisrelevanter Variationsbereiche für die verfahrenstechnischen und maschinentechnischen Einflussgrößen des Zerkleinerungsprozesses.

Die ersten Zerkleinerungsversuche wurden mit einer Flügelrotormühle vom Typ Record C (siehe Anlage 10) nach dem Faktorplan (FP Nr. 1) (siehe Anlage 17) durchgeführt. Die Presslingsbiegefestigkeit wurde im maximalen Variationsbereich nach den Ergebnissen des SVP Nr. 1 variiert (siehe Tabelle 5-15). Des Weiteren wurde die Presslingshöhe nach praktischen Vorgaben [29], [49] im Bereich von 10-20 mm variiert. Seitens der Zerkleinerungsmaschine konnte die Rotorumfangsgeschwindigkeit auf 5 bis 35 m/s eingestellt werden. Die Spaltweite des Mühlenaustragsrostes blieb konstant bei 9 mm. Die Versuchsergebnisse sind in Anlage 17 zusammengestellt. Die höchste Granulatausbeute ergibt sich mit der kleinsten Brikettthöhe und der höchsten Brikettbiegefestigkeit (Versuchsgruppe 7). Den Einfluss der Rotorumfangsgeschwindigkeit für diese Versuchsgruppe zeigt Abbildung 5-21. Die ermittelte maximale Granulatausbeute von $\Psi_{2-4} = 10,4\%$ bei niedriger Umfangsgeschwindigkeit liegt unter den Anforderungen an die Wirt-

schaftlichkeit in der Praxis. Es bestätigt sich die Einstufung der Presslinge aus Sylvin Rot (USA) als zerkleinerungsschwierig.

Die Versuchsbedingungen für die maximale Granulatausbeute im Versuchsprogramm FP Nr. 1 hinsichtlich Presslingsbiegefestigkeit und Presslingshöhe (siehe Tabelle 5-16) wurden für weitere Versuche zur Festlegung von Parameterbereichen des Zerkleinerungsprozesses verwendet (FP Nr. 2). Neben dem Salz Sylvin Rot (USA) wurden das Sylvin Weiß (USA) sowie ein feines Sylvin aus Deutschland in die Untersuchungen nach FP Nr. 2 einbezogen.

Tabelle 5-15 : Ausgerechnete Agglomerationsbedingungen für die Presslingsherstellung (SVP Nr. 1)

Nr.	Ausgangsbedingungen					Presslingsbiege- festigkeit σ_{biege} [MPa]	Presslingsanzahl
	ϑ_p [°C]	p [MPa]	t_p [s]	d [mm]	h_s [mm]		
1	88,78	97,71	1,73	0-1,25	20	2,2	25
2	88,78	97,71	1,73	0-1,25	15		
3	88,78	97,71	1,73	0-1,25	10		
4	88,78	148,3	5,27	0-0,56	20	4,6	
5	88,78	148,3	5,27	0-0,56	15		
6	88,78	148,3	5,27	0-0,56	10		
7	131,2	148,3	5,27	0-0,56	20	7,0	
8	131,2	148,3	5,27	0-0,56	15		
9	131,2	148,3	5,27	0-0,56	10		

Tabelle 5-16 : Agglomerationsbedingungen für die Herstellung der Vorversuchspresslinge nach FP Nr. 2 ($\sigma_{\text{biege}} = 7 \text{ MPa}$, entnommen dem Modell von SVP Nr. 1)

Presstemperatur	131°C
Pressdruck	148,29 MPa
Pressdauer	5,27 s
Körnung	0-0,56 mm

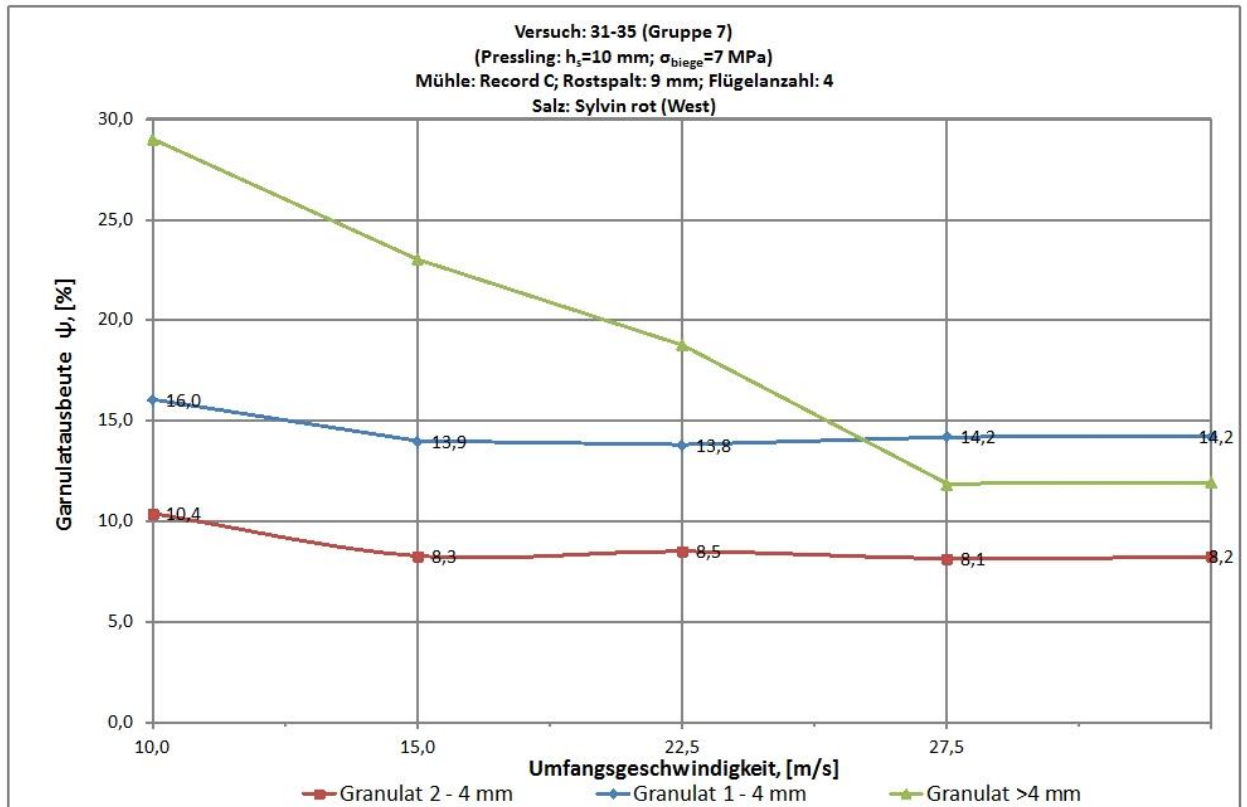


Abbildung 5-21 : Versuchsgruppendiagramm (FG 7) der besten Ergebnisse für das FP Nr. 1

Als Besonderheit des feinen Salzes aus Deutschland ist zu bemerken, dass seine obere Korngröße unterhalb der in Tabelle 5-16 genannten Körnungsgrenze lag und deshalb nicht abgesiebt wurde.

Festzuhalten bleibt, dass im Rahmen der weiteren Zerkleinerungsvorversuche nach FP Nr. 2 die Rotorumfangsgeschwindigkeit und die Spaltweite des Austragssiebes bzw. -rosts als Prozessparameter untersucht wurden. Zudem wurden 3 verschiedene Mühlentypen getestet. Zwei davon waren Rotorflügelmühlen: Record A (siehe Abbildung 5-12) als Labormühle und Record C (siehe Anlage 10) als Technikummühle. Die Record-C-Mühle wurde mit 2 und mit 4 Schlägelementen bestückt. Bei beiden Mühlen wurde jeder Einzelversuch mit jeweils fünf Presslingen durchgeführt. Der dritte Zerkleinerungsapparat war der halbtechnische Hammerbrecher mit Rundlochrost der Firma HAZEMAG. Wegen der Mühlengröße wurde die Probemenge auf 10 Presslinge verdoppelt.

Der gesamte Versuchsplan FP Nr. 2 mit Ergebnissen ist in den Anlage 18 und Anlage 19 angegeben. Es wurden insgesamt 17 Versuchsgruppen erstellt, von denen jede fünf Einzelversuche mit unterschiedlichen Brecherumfangsgeschwindigkeiten beinhaltete.

Im Fall der Mühle Record A konnte die Umfangsgeschwindigkeit nur bis max. 20,2 m/s eingestellt werden. Für die Salze Sylvin Weiß (USA) und Sylvin Fein (Deutschland) war hier das Ma-

ximum der Granulatausbeuten noch nicht erreicht. Die Eignung dieser Mühle muss deshalb für die umfassende Untersuchung des Zerkleinerungsprozesses mit Hilfe statistischer Versuchsplanung kritisch betrachtet werden.

Die wesentlichen Erkenntnisse aus den Zerkleinerungsvorversuchen nach FP Nr. 2 lassen sich dem Diagramm in Anlage 20 entnehmen.

Schon ein erster Blick auf die Ergebnisse verrät, dass das Sylvin Rot (USA) über alle, noch so unterschiedliche Zerkleinerungsbedingungen hinweg durchweg erheblich schlechtere Granulatausbeuten liefert als die beiden anderen Salze. Insofern bestätigt das Ergebnis erneut praktische Erfahrungen mit diesem Salz. Das schlechte Zerkleinerungsergebnis widerspricht der guten Kompaktierbarkeit des roten Salzes. Es ergeben sich durchweg Festigkeitswerte, die sich auf dem Niveau der anderen beiden Salze befinden.

Bei den Salzen Sylvin Weiß (USA) und Sylvin Fein (Deutschland) wurden gute Granulatausbeuten der Klasse 1-4 mm von über 40% mit der Flügelmühle Rekord C bzw. mit dem Hammerbrecher erreicht. Letztere steht praktischen Zerkleinerungsbedingungen am nächsten. Es wurde deshalb festgelegt, für die Hauptzerkleinerungsversuche mit statistischer Versuchsplanung diese Versuchsmühle einzusetzen. Als maschinenseitige Variable soll die Umfangsgeschwindigkeit im Bereich von 10-25 m/s variiert werden. Anstelle eines Rundlochsiebrostes wird ein Spaltrost mit variabler Spaltweite von 7 bis 13 mm vorgesehen, um noch bessere Bedingungen für die Granulatausbeute zu schaffen. Die festgelegten Variationsbereiche sind auch mit praktischen Erfahrungen kompatibel.

Wünschenswert bzw. notwendig wäre es, für die wirtschaftliche Relevanz der weiteren Zerkleinerungsversuche mit dem zu untersuchenden Hauptsatz Sylvin Rot (USA), das Zerkleinerungsverhalten von dessen Presslingen grundlegend zu verbessern.

Betrachtet man noch einmal die Stereomikroskopaufnahmen in Abbildung 5-3, dann fällt auf, dass die Salzkörner des Sylvins Rot (USA) ausgesprochen unversehrt aussehen. Sie sind glatt und in hohem Maße kubisch. Die Kristalle sind sehr gleichmäßig ausgebildet, es sind kaum unförmige Stellen zu sehen.

Dieser Zustand ist für ein bereits durch den Aufbereitungsprozess der Flotation samt vorangegangener Aufmahlung behandeltes Gut ungewöhnlich. Er könnte für das schlechte Zerkleinerungsverhalten der Presslinge dieses Salzes verantwortlich sein. Wegen der guten Kompaktiereigenschaften ist zu vermuten, dass die Kristalle eine gute Druckplastizität haben, die zu einer Verschachtelung der Körner im Verlauf der Pressverdichtung durch Deformation führt. Somit können sich die Körner im Presslingsverbund bei dessen Druckbeanspruchung gut gegenseitig

abstützen. Das würde die hohe Druckfestigkeit von 45-60 MPa der Presslinge erklären (siehe Anlage 12). Dabei ist anzunehmen, dass die Kornoberflächen nur eng aneinander liegen, aber nicht miteinander durch mikroplastisches Fließen verschweißt sind. Das könnte erklären, warum bei Prallbeanspruchung in der Granulatomühle die Kornkontaktflächen leicht wieder getrennt werden und deshalb die Bruchflächen vorzugsweise entlang der Kornoberflächen verlaufen. Diese Vorstellung würde mit der Beobachtung übereinstimmen, dass die Presslinge aus Sylvin Rot (USA) in der Granulatomühle weitgehend wieder in die Ausgangskörner zerfallen. Um Abhilfe zu schaffen, müssten die Kornoberflächen vor der Kompaktierung aufgeraut werden und auch im Inneren des Materials der Anteil gestörter Kristallbereiche erhöht werden. Realisieren ließe sich dieses durch eine Aktivierungsmahlung. Durch mechanische Aktivierung des Salzes sollte eine Kornverschweißung bei der Kompaktierung im Interesse der Granulatausbeute möglich werden.

Mechanische Aktivierung

Für weitere Versuche zum Kompaktier-/Zerkleinerungs-Verfahren wurde das Kalisalz Sylvin Rot (USA) mit Hilfe einer Schlagnasenmühle (siehe Abbildung 5-13) mechanisch aktiviert. Die Mühle war mit einem 1 mm bzw. 2 mm – Rundloch-Austragssieb bestückt. Weitere Mühlenparameter waren:

- Rotordurchmesser 200 mm,
- Rotordrehzahl 2000 min^{-1} .

Des Weiteren wurde eine Labor-Scheibenmühle für die Mahlungsaktivierung eingesetzt (siehe Abbildung 5-15).

Das Resultat der Aktivierung wurde zunächst durch erneute Stereomikroskopaufnahmen überprüft (siehe Abbildung 5-22).

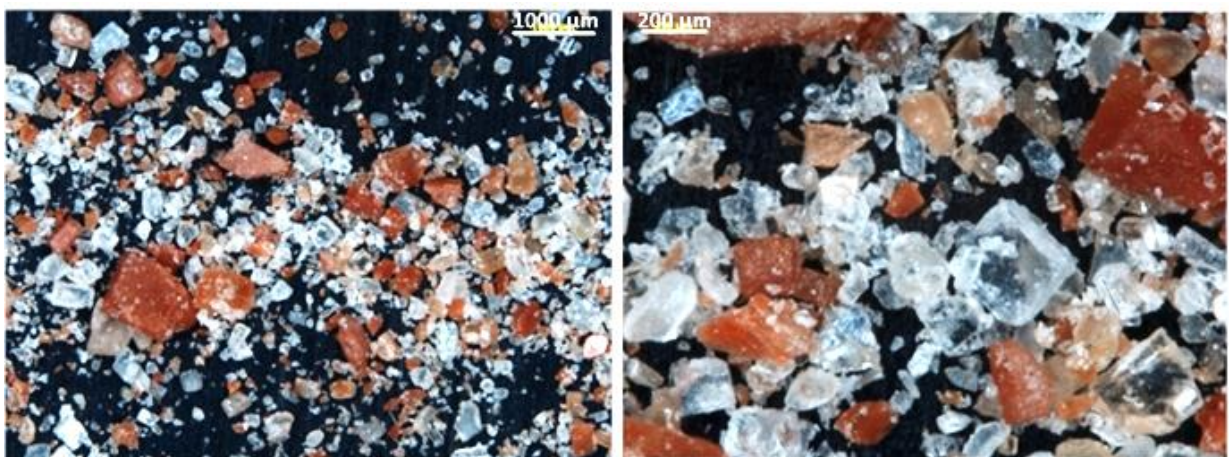


Abbildung 5-22 : Stereomikroskopaufnahme Sylvin Rot (USA), mit Schlagnasenmühle aktiviert

Unter Beachtung des eingeblendeten Maßstabs lässt sich als erstes der triviale Effekt der Kornverfeinerung feststellen (siehe Anlage 21, Anlage 22). Es entsteht eine breitere Verteilung der Korngrößen, was die Verdichtung während der Kompaktierung begünstigt. Von größerer Bedeutung ist jedoch die Veränderung der Kornstruktur. So kommt es vor allem an den Kanten und Bruchflächen zu einer wesentlichen Verformung und Kristallstörung. Zudem ist die Kornform nun weniger kubisch, sondern eher splittrig. Die Kubizität der Einzelkörner wurde massiv reduziert.

Zur Überprüfung der Wirksamkeit der mechanischen Aktivierung auf die Ergebnisse des Kompaktier-/Zerkleinerungs-Verfahrens wurden zwei unabhängige kleine Faktorpläne (siehe Anlage 23, Anlage 24) aufgestellt.

Bis auf die Körnung des Salzes entsprachen die Parameter zur Presslingsherstellung den Angaben in Tabelle 5-16.

Die Zerkleinerung der Presslinge zur Granulatherstellung wurde mit den Rotorflügelmühlen Record A und Record C durchgeführt. Die Ergebnisse für das mit der Schlagnasenmühle aktivierte

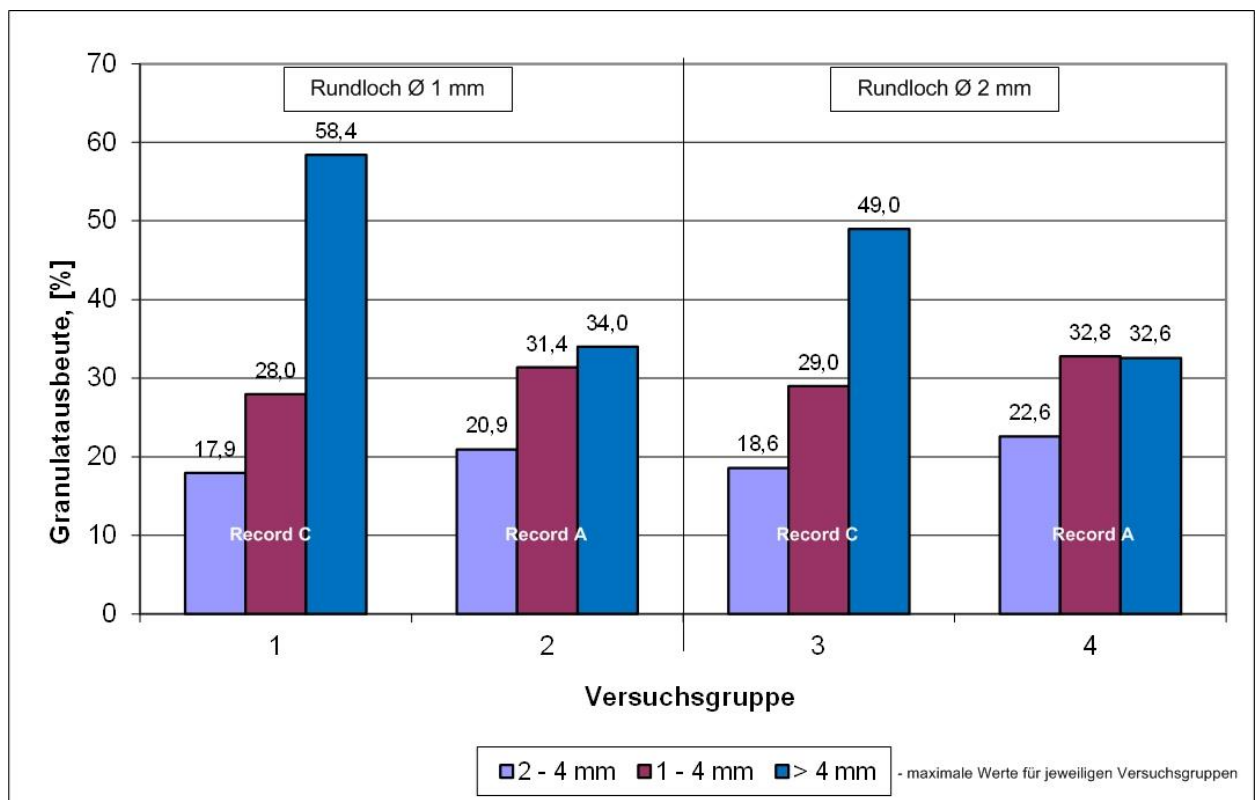


Abbildung 5-23 : Bestwerte für die Granulatausbeuten in den Versuchsgruppen (FP Nr. 3)

Salz bezüglich der Granulatausbeuten zeigt Abbildung 5-23.

Durch die Aktivierungsmahlung konnten die Granulatausbeuten deutlich gesteigert werden. So sind für die Granulate 2 bis 4 mm Ausbeute von 18,6 % (Record C) und 22,6 % (Record A) möglich. Ohne mechanische Aktivierung waren maximal 11,9 % (Record C) bzw. 13,7 % (Record A) erreichbar. Bemerkenswert ist, dass die intensivere Aktivierungsmahlung mit dem 1 mm – Austragssieb nicht zu besseren Ergebnissen führt. Das unterstützt die Annahme, dass ein Großteil der Aktivierungsenergie zur Bildung von Fehlstellen im Korninneren umgewandelt wird.

Die ebenfalls für die Salzaktivierung eingesetzte Scheibenmühle ist vor allem auf eine Scherbeanspruchung des Mahlgutes ausgelegt. Es handelte sich um eine Labormühle (siehe Abbildung 5-15), die hauptsächlich für die Aktivierung von Steinkohle eingesetzt wird. Die Aktivierung erfolgte in zwei Intensitäten über die Einstellung der Weite des Mühlenspaltes (der im Übrigen

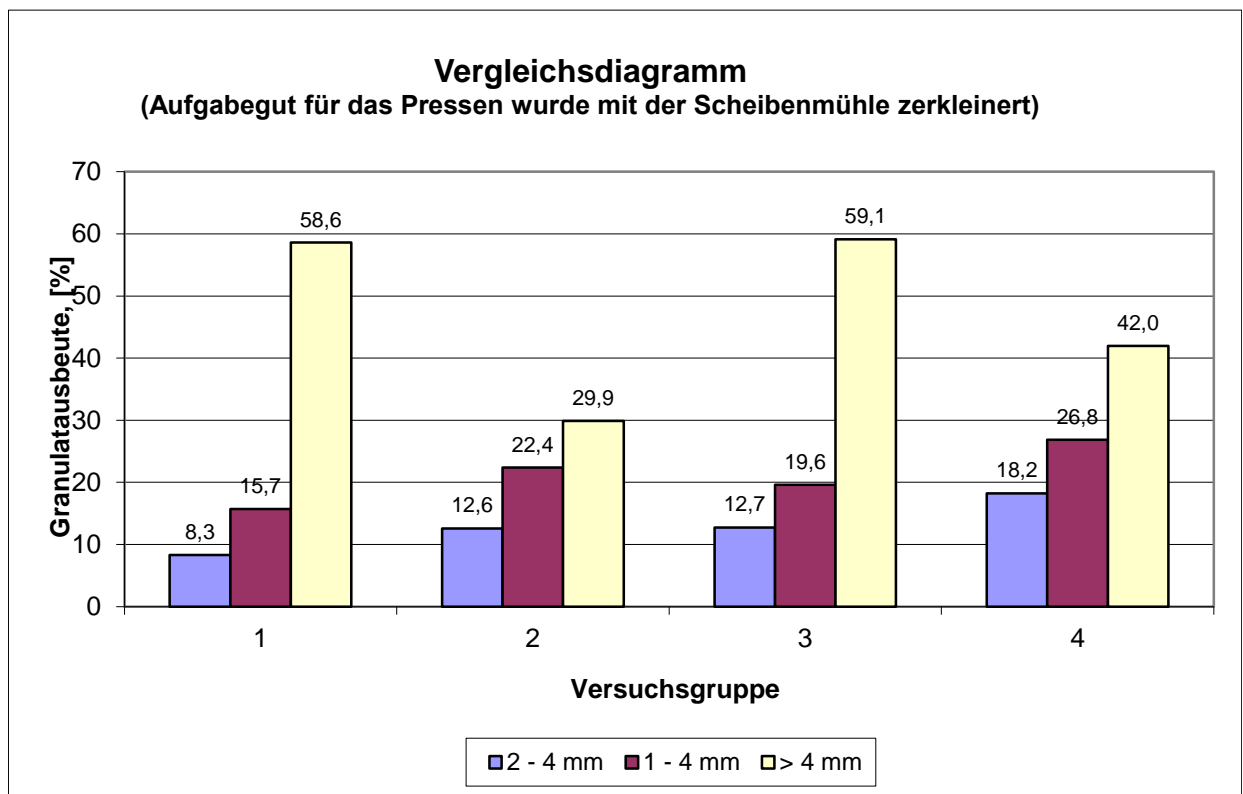


Abbildung 5-24 : Bestwerte für die Granulatausbeuten in den Versuchsgruppen (FP Nr. 4).

auch die obere Korngröße des Mahlproduktes festlegt). Die Spalteinstellung wurde über die Position der Stellschraube definiert:

- Position 0
Spaltweite 0 mm, anliegende Mahlscheiben
Versuchsgruppen 3 und 4

- Position $\frac{1}{4}$
Spaltweite ca. 1 mm, Mahlscheiben voneinander gelöst
Versuchsgruppe 1 und 2

Die Versuchsergebnisse sind in Anlage 24 zusammengestellt und in Abbildung 5-24 grafisch ausgewertet. Sie legen nahe, dass die Mahlungsaktivierung mit einer Scheibenmühle nicht so gut gelingt, auch wenn man das durch Nachzerkleinerung des Überkorns gewonnene Granulat mit in Rechnung stellt. Offensichtlich sind sowohl die Scher- und Reibungsbeanspruchung als auch der geringere Energieeintrag bei dieser Mühle für den schlechteren Aktivierungseffekt verantwortlich.

5.4.3 ZUSAMMENFASSENDE BEWERTUNG

In Vorbereitung der Optimierung des Kompaktier-/Zerkleinerungs-Verfahrens zur Granulatherstellung aus Kalisalz Sylvin Rot (USA) wurden Voruntersuchungen durchgeführt, deren Ziel es war, die Bedingungen für eine erfolgreiche Anwendung der statistischen Versuchsplanung unter der Maßgabe einer hohen Güte und damit praktischen Anwendbarkeit der daraus abgeleiteten Modelle für die Prozesse Kompaktierung und Zerkleinerung sowie für ein komplexes Gesamtmodell des Verfahrens zu erreichen. Die Vorversuche bestätigen die Erfüllbarkeit folgender versuchstechnischer Anforderungen:

- Die ausgewählten Labor- und Technikumsgeräte sind für die Versuchsdurchführung nach statistischen Versuchsplänen geeignet. Die Eignung ist besonders dann nachgewiesen, wenn zentral zusammengesetzte, nicht drehbare Versuchspläne ohne Blockbildung angewandt werden.
- Die gemäß statistischer Versuchsplanung vordefinierten Einflussgrößenniveaus für den Kompaktier- und Zerkleinerungsprozess können exakt eingestellt und über den Versuchszeitraum konstant gehalten werden.
- Die Qualität der mit der verfügbaren Versuchstechnik herstellbaren Presslinge ist für das zu erzeugende Kaligranulat ausreichend, wenn das Rohsalz (Sylvin Rot (USA)) vor der Kompaktierung mechanisch aktiviert wird.
- Die Granulatausbeute erreicht praktische Anforderungen hinsichtlich Wirtschaftlichkeit des Kompaktier-/Zerkleinerungs-Verfahrens, wenn mechanisch aktiviertes Rohsalz Sylvin Rot (USA) eingesetzt wird.
- Kleine Abweichungen von 1-2 % der Einflussgrößenniveaus, wenn diese konstant im Sinne eines systematischen Versuchsfehlers sind, beeinflussen die Modellgüte nicht zu negativ. Sie sind tolerierbar, wenn die vom statistischen Versuchsplan gewonnenen „Rohmodelle“ durch weitere iterative Regression „raffiniert“ werden.

Anhand der Voruntersuchungen konnten im Interesse der Effizienz und praktischen Nutzbarkeit der zu ermittelnden mathematischen Modelle des Weiteren folgende Festlegungen für die statistischen Versuchspläne zu den Prozessen Kompaktierung und Zerkleinerung getroffen werden:

Kompaktierprozess

- Zu untersuchende Einflussgrößen und Einflussgrößenbereiche:

Pressdruck $p = 80-160 \text{ MPa}$

Presstemperatur $\vartheta_p = 80-140 \text{ °C}$

Pressdauer $t_p = 1-6 \text{ s}$

- Einsatz von mit der Schlagnasenmühle aktiviertem Kalisalz Sylvin Rot (USA) mit einer Körnung von 0-0,6 mm.
- Auswahl der Biegefestigkeit der Salzpresslinge als Kopplungsgröße für die Erstellung des Verfahrensgesamtmodells, weil diese Zielgröße des Kompaktierprozesses die größte Variabilität im zu untersuchenden Einflussgrößenbereich hat.

Zerkleinerungsprozess

- Einsatz eines Hammerbrechers mit Spaltrosten unterschiedlicher Spaltweite für die Zerkleinerung der Kalisalzpresslinge.

- Zu untersuchende Einflussgrößen und Einflussgrößenbereiche:

Biegefestigkeit der Presslinge $\sigma_{\text{biege}} = 2-7 \text{ MPa}$

Umfangsgeschwindigkeit Mühlenrotor $v_{\text{um}} = 10-25 \text{ m/s}$

Höhe (Dicke) der Presslinge $h_s = 10-20 \text{ mm}$

Spaltweite Austragsrost $s_R = 7-13 \text{ mm}$

Die Ergebnisse der Voruntersuchungen und die daraus abgeleiteten Methoden und Festlegungen sind die Gewähr für eine erfolgreiche Optimierung des Kompaktier-/Zerkleinerungs-Verfahrens auf Basis statistischer Versuchsplanung und daraus gewonnenen Modelle.

5.5 EINZELMODELL ZUR KOMPAKTIERUNG

5.5.1 VORBEMERKUNGEN

Auf der Grundlage der Voruntersuchungen mit dem Kalisalz Sylvin Rot (USA) wurde für die Optimierung der Granulatherstellung das in Abbildung 5-25 schematisch dargestellte System-

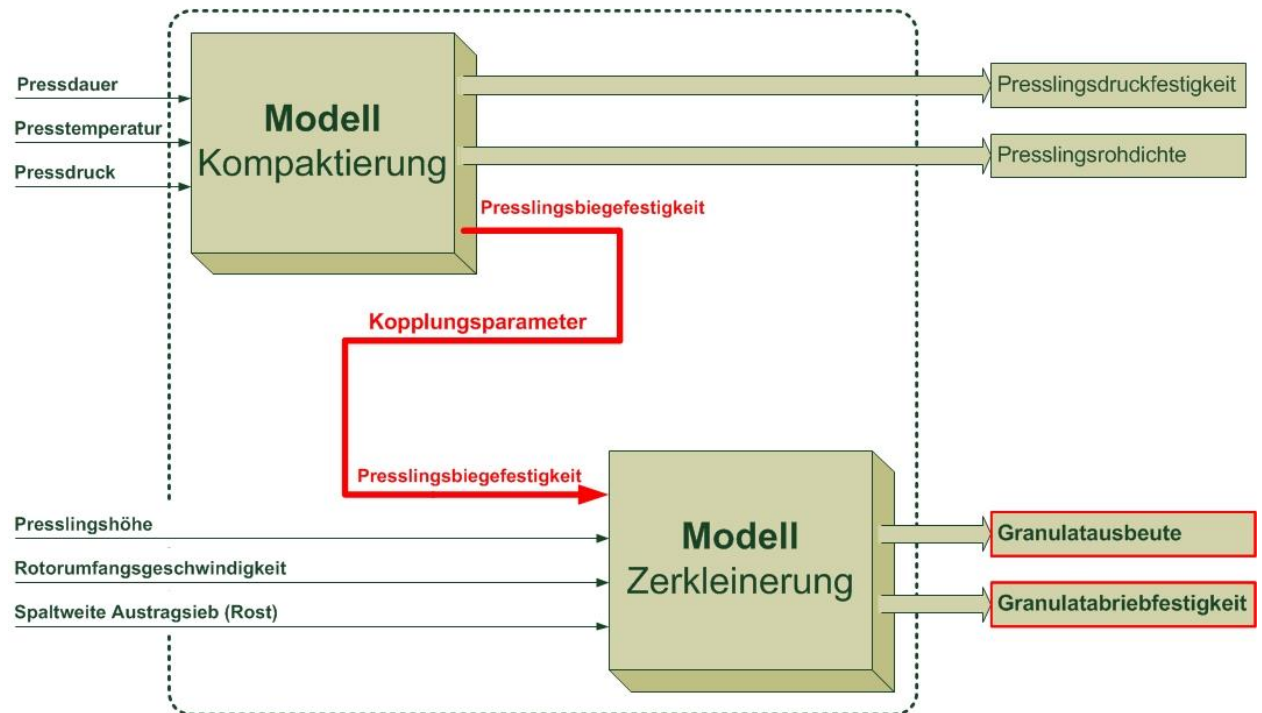


Abbildung 5-25 : Systemmodell

modell konzipiert. Das Systemmodell beinhaltet zwei Einzelmodelle für die Prozesse Kompaktierung und Zerkleinerung, die mittels des Kopplungsparameters Biegefestigkeit vereinigt werden. Als Einflussgrößen für das Kompaktiermodell werden wegen der Notwendigkeit der Aktivierung des Kalisalzes nur die drei Parameter Pressdauer, -temperatur und -druck berücksichtigt. Die zwei Zielgrößen Presslingsdruckfestigkeit und -rohddichte werden als Zwischenzielgrößen betrachtet und können als Zusatzinformation über den Kompaktierprozess verwendet werden. Für den Zerkleinerungsprozess werden die Einflussgrößen Presslingshöhe (-dicke), Rotorumfangsgeschwindigkeit des Hammerbrechers sowie Spaltweite des Brecheraustragsrostes festgelegt. Die Zielgrößen des Zerkleinerungsprozesses sind zugleich die Zielgrößen des Systemmodells.

5.5.2 MODELLAUFSTELLUNG

Wie in Abschnitt 5.3 bereits dargelegt, sind für den zusammengesetzten Versuchsplan mit drei Einflussgrößen 15 Hauptversuche (siehe Tabelle 5-4) durchzuführen: 8 Würfelpunktversuche, 6 Sternpunktversuche und ein Zentralpunktversuch. Aus Gleichung 11 ergibt sich der α -Wert zu 1,215. Die zu untersuchenden Wertebereiche der Einflussgrößen wurden im Rahmen der Vorversuche festgelegt. Die Einflussgrößen-Niveaus enthält Tabelle 5-17.

Tabelle 5-17 : Niveauwerte der Einflussgrößen für SVP Nr. 2

	Presstemperatur ϑ_p , [°C]	Pressdruck p, [MPa]	Pressdauer t_p , [s]
Untersucher Wertebereich	80 bis 140	80 bis 160	1 bis 6
$-\alpha$ -Niveau	80	80	1
-1-Niveau	85,3	87,1	1,4
0-Niveau	110	120	3,5
+1-Niveau	134,7	152,9	5,6
$+\alpha$ -Niveau	140	160	6

Unter Berücksichtigung der Anforderungen an den Aufbau statistischer Versuchspläne (siehe Abschnitt 5.3) wurde mit diesen Einflussgrößen-Niveaus der Versuchsplan (SVP Nr. 2) aufgestellt (siehe Abbildung 5-26 und Anlage 25). Um die Orthogonalitätsbedingung sicherzustellen, wurde die Korrektur ($\frac{1}{c^*}$) der quadratischen Glieder des transformierten Polynoms nach Gleichung 10 berechnet:

$$\frac{1}{c^*} = \frac{\sum X_i^2}{N} = \frac{8 \cdot 1^2 + 2 \cdot 1,215^2}{15} = \frac{10,952}{15} = 0,73 \quad (27)$$

Im Interesse der Modellgüte wurden pro Versuch 30 Presslinge hergestellt, 15 für die Druckfestigkeitsmessung und 15 für die Biegefestigkeitsmessung.

№	Mittelwerte der Zielgröße			Versuchsplan		
				x_1 ϑ_p [°C]	x_2 p [MPa] (Digitalanzeiger UP550)	x_3 t_p [s]
	y_1 σ_p [MPa]	y_2 ρ_{roh} [g/cm ³]	y_3 σ_{biege} [MPa]			
1	56,686	1,910	4,640	85,30	87,1(53,46)	1,4
2	57,544	1,890	4,031	134,70	87,1(53,46)	1,4
3	66,147	1,940	4,362	85,30	152,9(68,04)	1,4
4	61,953	1,940	5,435	134,70	152,9(68,04)	1,4
5	55,617	1,890	4,910	85,30	87,1(53,46)	5,6
6	52,886	1,860	3,553	134,70	87,1(53,46)	5,6
7	65,176	1,950	5,173	85,30	152,9(68,04)	5,6
8	61,319	1,960	6,745	134,70	152,9(68,04)	5,6
9	63,455	1,930	5,333	80,00	120(60,80)	3,50
10	61,367	1,930	6,423	140,00	120(60,80)	3,50
11	56,394	1,890	4,556	110,00	80(51,90)	3,50
12	64,761	1,940	5,534	110,00	160(69,60)	3,50
13	62,099	1,930	5,612	110,00	120(60,80)	1,00
14	61,097	1,930	5,954	110,00	120(60,80)	6,00
15	61,244	1,920	6,000	110,00	120(60,80)	3,50

MW	60,5	1,921	5,2
MIN	52,9	1,860	3,6
MAX	66,1	1,960	6,7
s	3,8694	0,0274	0,8878
s²	14,9720	0,0007	0,7881
V, [%]	6,4	1,4	17,0

Abbildung 5-26 : Versuchsplantabelle SVP Nr. 2

Die Rohdichte der Presslinge wurde im Ölbad nach dem archimedischen Prinzip (siehe Abschnitt 3.2) ermittelt. Dafür wurde jeweils ein halber Pressling (siehe Anlage 13), der schon einmal dem Biegeversuch unterzogen wurde, verwendet.

Das zu berechnende Modell zweiter Ordnung hat folgende allgemeine Form:

$$\hat{y} = b_0X_0 + b_1X_1 + b_2X_2 + b_3X_3 + b_{12}X_1X_2 + b_{13}X_1X_3 + b_{23}X_2X_3 + b_{11}(X_1^2 - 0,73) + b_{22}(X_2^2 - 0,73) + b_{33}(X_3^2 - 0,73) \quad (28)$$

Für die Koeffizientenberechnung wurden zunächst die Gleichungen 16 bis 20 benutzt. Die sich aus diesen Regressionsformeln ergebenden Koeffizienten enthält Tabelle 5-18. Diese Koeffizien-

ten gelten noch für das transformierte System. Die Rücktransformation erfolgte mit Hilfe von Mathcad und den Transformationsbeziehungen gemäß Gleichung 21 (siehe Tabelle 5-19).

Tabelle 5-18 : Modellkoeffizienten (transformiert), SVP Nr. 2

Modellkoeffizient	Zielgröße 1 (Presslings- druckfestigkeit)	Zielgröße 2 (Presslingsrohdichte (nach Arch. Prinzip))	Zielgröße 3 (Presslings- biegefestigkeit)
b_0	62,3564	1,9246	6,1413
b_1	-1,1378	-0,0037	0,1830
b_2	3,8374	0,0275	0,5267
b_3	-0,7806	-0,0018	0,2126
b_{12}	-0,7722	0,0075	0,5764
b_{13}	-0,4066	2,7756E-17	-0,0312
b_{23}	0,5150	0,0100	0,2910
b_{11}	-0,2431	0,0016	-0,2126
b_{22}	-1,4843	-0,0086	-0,7763
b_{33}	-0,7933	0,0016	-0,2767

Tabelle 5-19 : Modellkoeffizienten (rücktransformiert), SVP Nr. 2

Modellkoeffizient	Zielgröße 1 (Presslings- druckfestigkeit)	Zielgröße 2 (Presslingsrohdichte (nach Arch. Prinzip))	Zielgröße 3 (Presslings- biegefestigkeit)
b_0	17,33782	1,953765	-0,43789
b_1	0,18365	-0,001834	0,001194
b_2	0,52312	0,001208	0,09486
b_3	0,90028	-0,021235	0,11287
b_{12}	-0,00095	0,000009	0,00071
b_{13}	-0,00800	5,463130E-19	-0,00061
b_{23}	0,00760	0,000148	0,00430
b_{11}	-0,00040	0,000003	-0,00035
b_{22}	-0,00137	-0,00001	-0,00072
b_{33}	-0,18737	0,00038	-0,06536

Die weitere Modelloptimierung erfolgte mit dem Programm „SigmaSTAT“ und den Werten in Tabelle 5-19 als Anfangsschätzwerte für die Modellkoeffizienten. Das Ergebnis der „Modellrefinement“ enthält Tabelle 5-20.

Tabelle 5-20 : Mittels iterativer Regression optimierte Modellkoeffizienten (rücktransformiert), SVP Nr. 2

Modellkoeffizient	Zielgröße 1 (Presslings- druckfestigkeit)	Zielgröße 2 (Presslingsrohddichte (nach Arch. Prinzip))	Zielgröße 3 (Presslings- biegefestigkeit)
b_0	14,908	1,912	-1,274
b_1	0,189	-0,00144	-0,0000991
b_2	0,527	0,00145	0,0945
b_3	0,950	-0,0190	0,117
b_{12}	-0,00095	0,00000923	0,000709
b_{13}	-0,00784	gestrichen	-0,0006
b_{23}	0,00745	0,000145	0,00421
b_{11}	-0,000425	0,000000823	-0,000343
b_{22}	-0,00138	-0,00000891	-0,000714
b_{33}	-0,194	0,000104	-0,065

Der Modellkoeffizient b_{13} für die Zielgröße 2 (Presslingsrohddichte (nach Arch. Prinzip)) wurde wegen fehlender Signifikanz gestrichen.

Es sei betont, dass die Koeffizienten durch die iterative Optimierung nur quantitativ, also in ihrem Zahlenwert, modifiziert wurden, aber nicht in ihrem Vorzeichen. Damit wird durch die mathematisch begründete Anpassung der Gleichungen an die Messwerte das physikalisch begründete Ursache-Wirkungs-Prinzip nicht in Frage gestellt. Die Gesamtansicht des mathematisch-statistischen Modells (SVP Nr. 2) für den Kompaktierprozess zeigt Anlage 28.

5.5.3 MODELLBEWERTUNG

Die Güte (R_{sqr}) des Modells wurde für jede Zielgröße bei der Regressionsoptimierung vom Programm „SigmaSTAT“ berechnet (siehe Anlage 26). Für die untersuchten drei Zielgrößen erreichen die Gütewerte R_{sqr} folgende Werte (siehe Tabelle 5-21):

Tabelle 5-21 : Modellgüten für die Zielgrößen (SVP Nr. 2)

	Zielgröße 1 (Druckfestigkeit)	Zielgröße 2 (Rohdichte)	Zielgröße 3 (Biegefestigkeit)
R_{sqr}	0,972	0,962	0,946

Damit wird für alle Zielgrößen des Kompaktierprozesses eine hohe Modellgüte bescheinigt.

Da bei nichtlinearen Regressionsmodellen die Aussagen von Haupteffekten und Wechselwirkungen generell eingeschränkt sind, soll die Diskussion der Einflussgrößen des Kompaktierprozesses schwerpunktmäßig anhand modellbasierter grafischer Darstellungen erfolgen.

Die grafische Darstellung von mehrparametrischen Regressionsmodellen ist aufgrund der Vielzahl an Einflussgrößen nicht trivial. In der normalen zweidimensionalen Darstellung lässt sich für eine betrachtete Zielgröße immer nur eine Einflussgröße auf der Abszisse auftragen. Das in dieser Arbeit erstellte Modell mit seinen drei Einflussgrößen wird daher folgendermaßen dargestellt: Die Einflussgröße Presszeit wird jeweils konstant gehalten und nur zwischen verschiedenen Diagrammen verändert. Von den verbleibenden zwei Zielgrößen wird eine als Parameter behandelt und abgestuft mit unterschiedlichen Werten der Berechnung zugeführt. Damit ergibt sich eine Kurvenschar. Um jedoch nicht allein zwischen den einzelnen Scharkurven vergleichende Beurteilungen anstellen zu müssen, werden im Folgenden immer beide Darstellungsvarianten aufgezeigt: Einmal mit der Presstemperatur als Abszissengröße und dem Pressdruck als Scharparameter und anschließend noch einmal in umgekehrter Anordnung.

Als erste Zielgröße sei die Druckfestigkeit betrachtet:

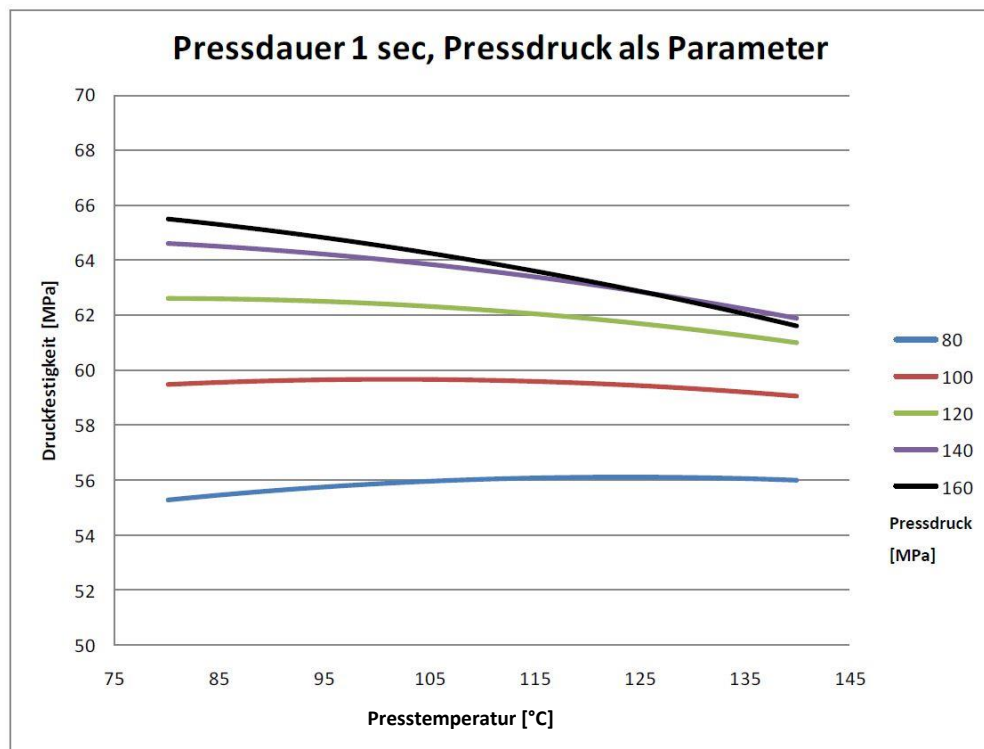


Abbildung 5-27 : Druckfestigkeit über Presstemperatur, 1 s Pressdauer

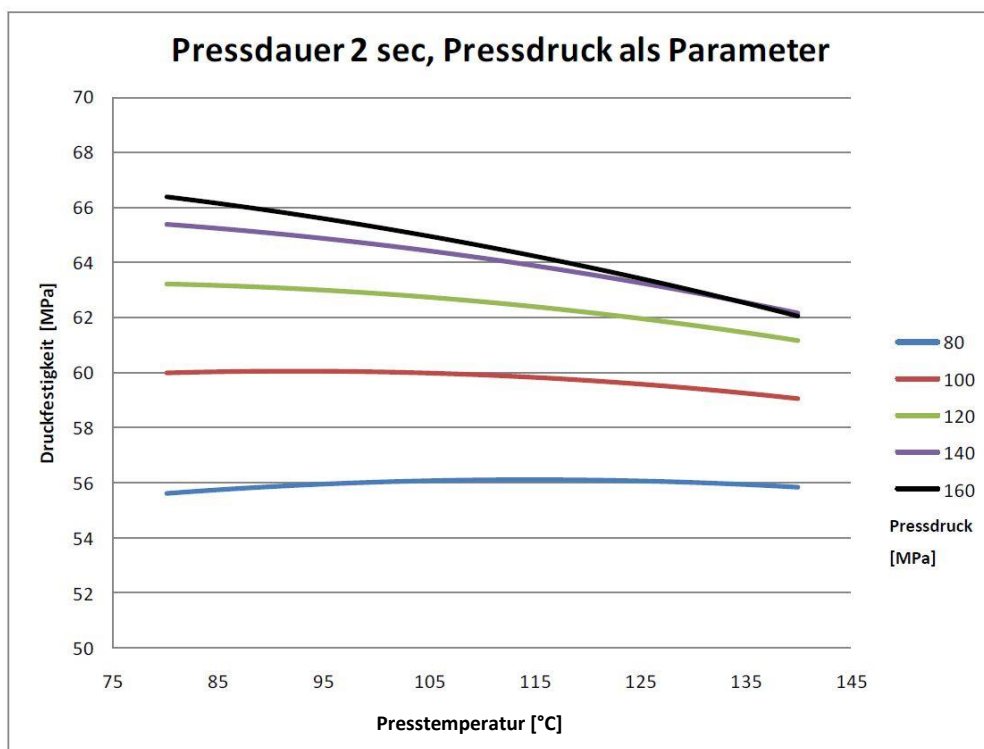


Abbildung 5-28 : Druckfestigkeit über Presstemperatur, 2 s Pressdauer

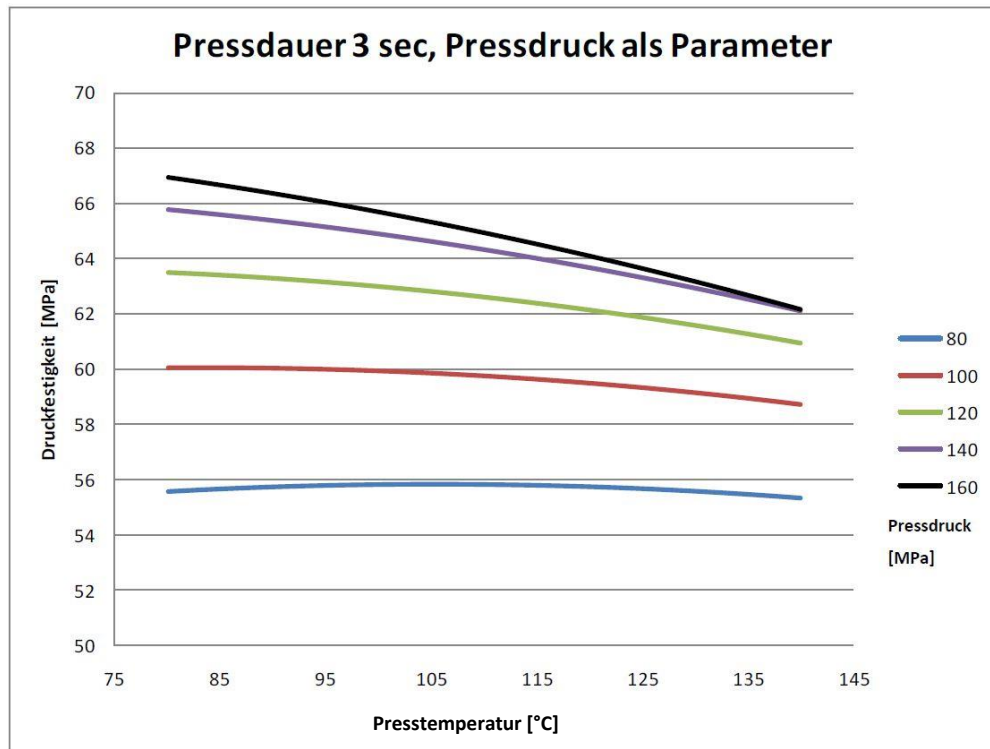


Abbildung 5-29 : Druckfestigkeit über Presstemperatur, 3 s Pressdauer

In den Presstemperatur-Druckfestigkeit-Diagrammen (Abbildung 5-27 bis Abbildung 5-29) ist zu erkennen, dass die Temperatur bei niedrigen Pressdrücken keinen und bei erhöhten Pressdrücken jenseits der 100 MPa einen negativen Einfluss auf die Druckfestigkeit des Presslings hat. Die negativen Begleiterscheinungen einer Temperaturerhöhung sind hier wesentlich: Abkühlrisse, Schrumpfungsspannungen, der hohe Gasdruck in den Presslingsporen wegen Viskositätszunahme der Luft sowie Presslingsrisse infolge stärkerer Einspannung der Presslinge in der Pressform. Der Einspannung liegt eine Reibungsarretierung zugrunde, die durch Haftreibung zwischen Presslingsseitenfläche und Pressformwand bedingt ist.

Unter Beachtung der Tatsache, dass die Scharlinien in ihren Druckintervallen gleichmäßig gestuft sind, lässt sich auch erkennen, dass Pressdrucksteigerungen in erster Linie bei niedrigem Pressdruckniveau Druckfestigkeitssteigerungen bewirken können, vor allem bei niedrigen Temperaturen.

Bei einem Vergleich der Einzeldiagramme (Abbildung 5-27 bis Abbildung 5-29) wird deutlich, dass eine Steigerung der Pressdauer das Druckfestigkeitsniveau nur leicht anhebt, jedoch keinerlei Trendumkehr bewirkt.

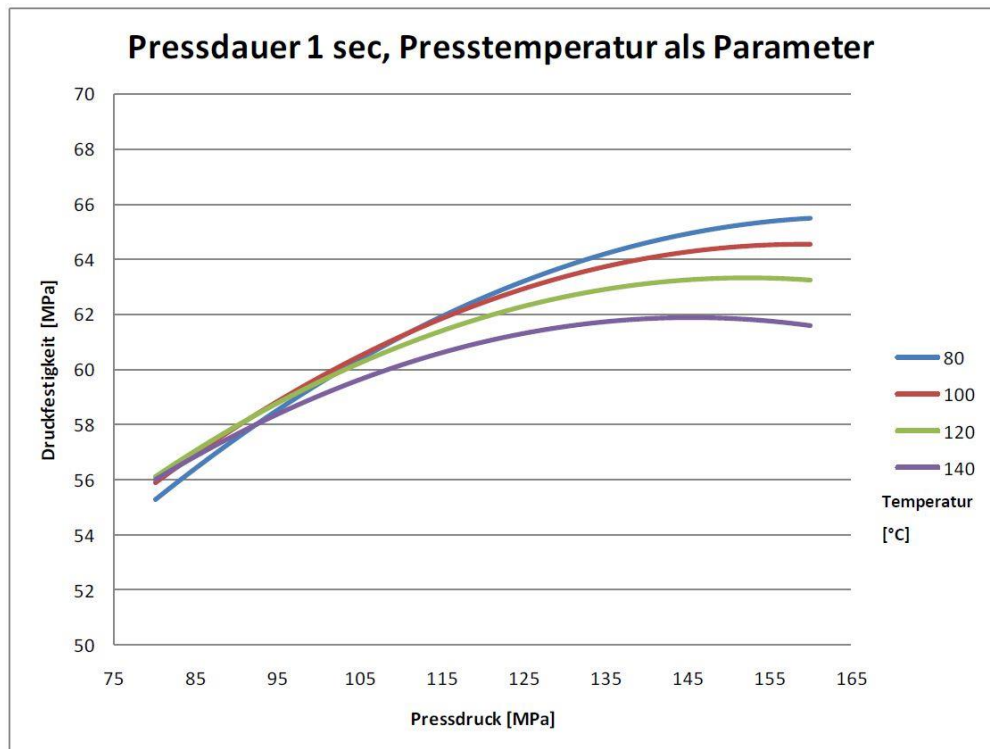


Abbildung 5-30 : Druckfestigkeit über Pressdruck, 1 s Pressdauer

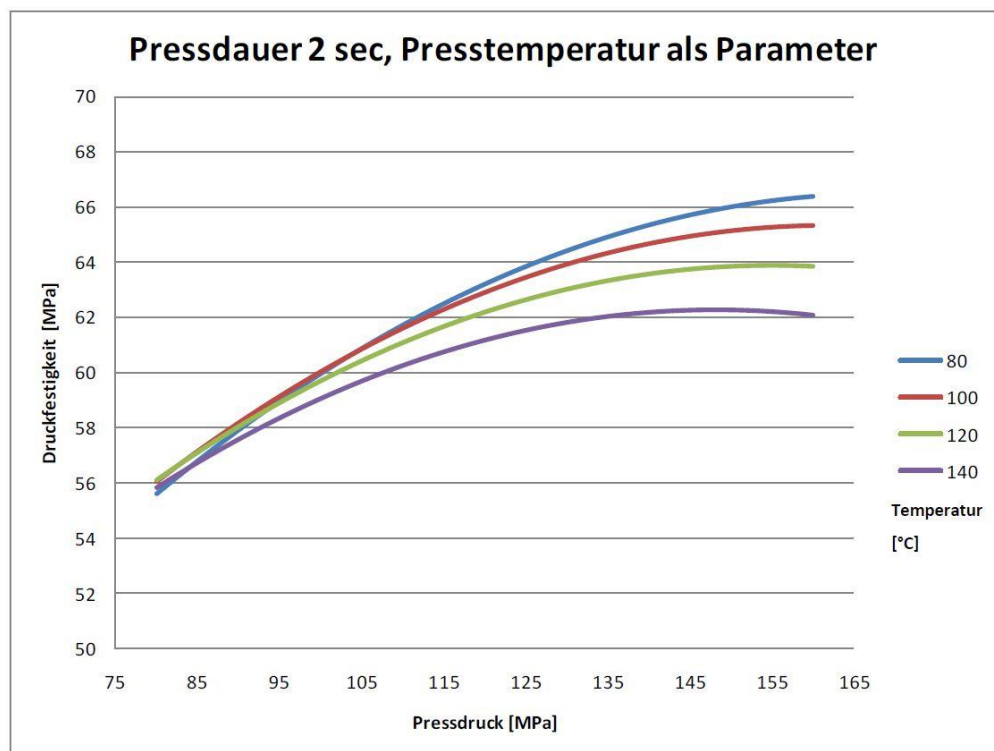


Abbildung 5-31 : Druckfestigkeit über Pressdruck, 2 s Pressdauer

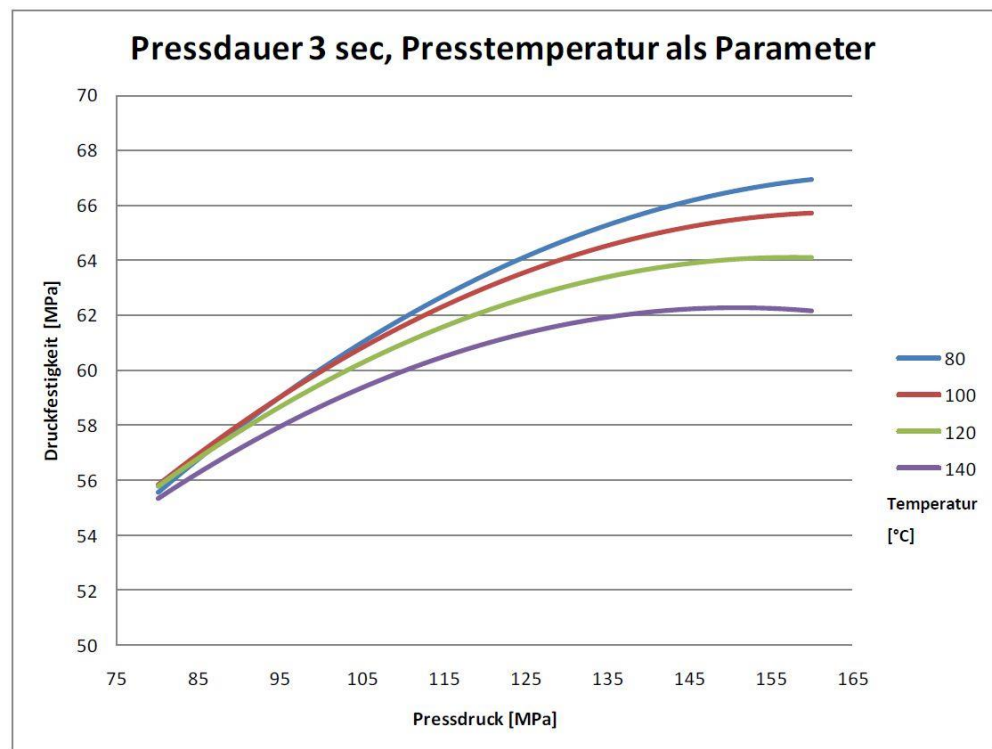


Abbildung 5-32 : Druckfestigkeit über Pressdruck, 3 s Pressdauer

In den Pressdruck-Druckfestigkeit-Diagrammen (Abbildung 5-30 bis Abbildung 5-32) zeigt sich ein sehr klassischer Verlauf: Mit steigendem Pressdruck sind im untersuchten Einflussgrößenbereich grundsätzlich höhere Druckfestigkeiten realisierbar. Einzig bei hohen Temperaturen zeichnet sich ein Druckfestigkeitsoptimum ab. Die degressiven Kurvenverläufe hängen mit einer zunehmenden Rissbildung in den Presslingen infolge elastischer Rückexpansion zusammen. Das schließt nicht aus, dass in rissfreien Substanzbereichen der Presslinge, auf Granulatkornebene sozusagen, ein Festigkeitszuwachs auch bei hohen Pressdrücken eintritt. Deshalb ist mit einem durchgehenden Gewinn an Granulatfestigkeit zu rechnen. Die Rissbildung könnte sich außerdem sehr positiv auf die Granulatausbeute auswirken, wenn dadurch das Zerkleinerungsverhalten der Presslinge im Sinne einer Verminderung von Zertrümmerungsbruch bei der Prallbeanspruchung begünstigt wird.

Ein Einfluss der Presstemperatur ist bei niedrigen Drücken nicht ersichtlich, während bei höheren Pressdrücken mehr und mehr die negativen Effekte der Presstemperatur im Erscheinung treten. Auch in den Abbildungen 5-30 bis 5-32 ist zu erkennen, dass die Pressdauer nur einen geringen positiven Einfluss auf die Druckfestigkeit hat.

Die Rohdichteverläufe stellen sich wie folgt dar (Abbildung 5-33 bis Abbildung 5-35):

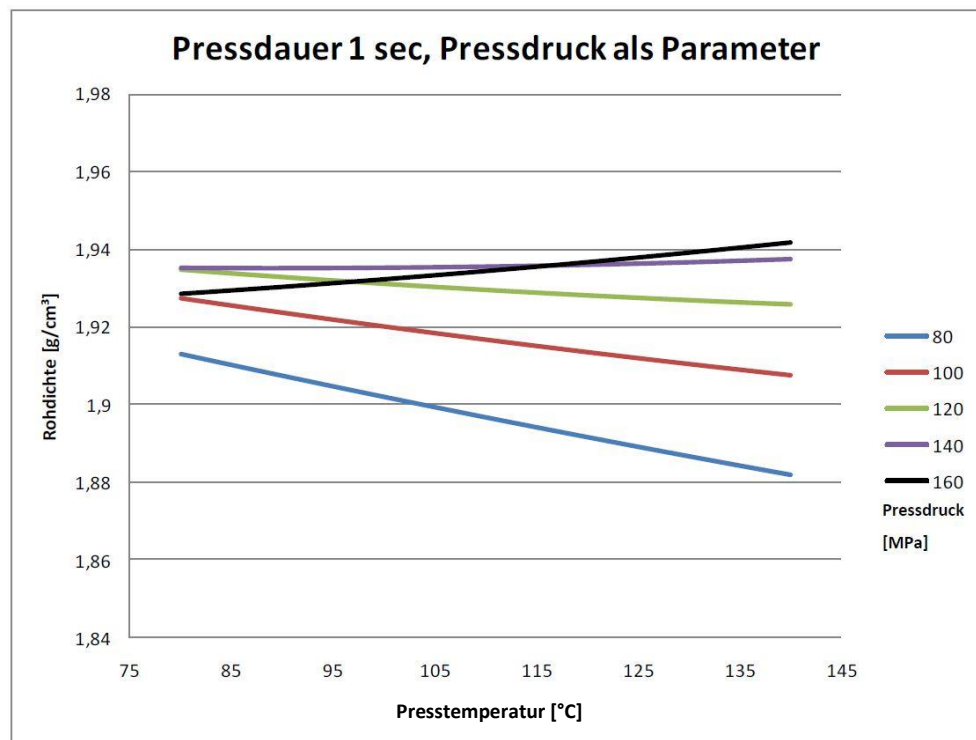


Abbildung 5-33 : Rohdichte über Presstemperatur, 1 s Pressdauer

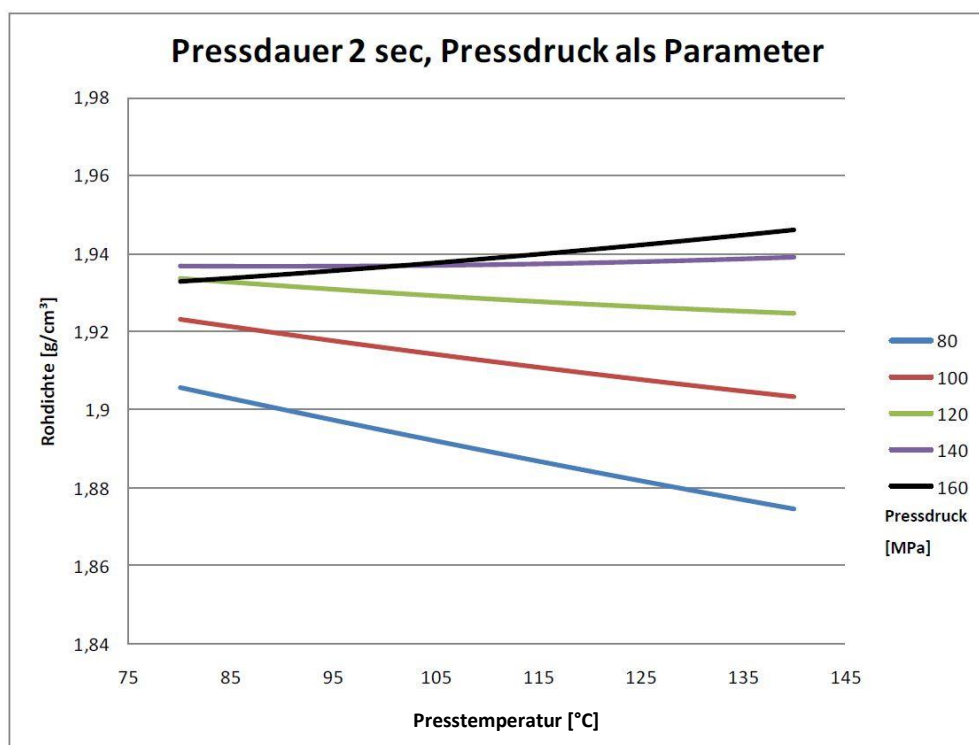


Abbildung 5-34 : Rohdichte über Presstemperatur, 2 s Pressdauer

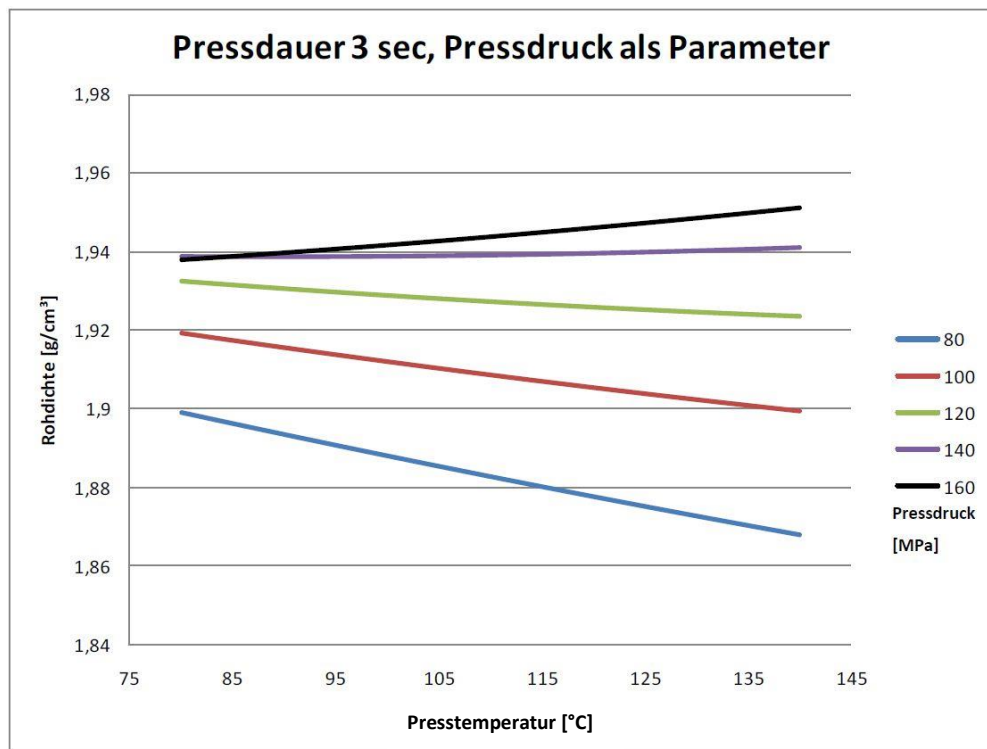


Abbildung 5-35 : Rohdichte über Presstemperatur, 3 s Pressdauer

Der Einfluss der Presstemperatur auf die Rohdichte ist zwiespältig. Bei niedrigen Pressdrücken sinkt die Rohdichte mit der Presstemperaturerhöhung, bei hohen hingegen ist der Einfluss nicht vorhanden oder sogar leicht positiv. Daraus ergibt sich direkt, dass der Pressdruck vor allem bei hohen Temperaturen hinsichtlich der Rohdichte qualitätsentscheidend ist. Eine interessante Erkenntnis ist zudem, dass es bei einer Steigerung der Pressdauer nicht etwa zu einer Angleichung der Rohdichte kommt, sondern vielmehr ein „Auffächern“ der Kurvenverläufe erkennbar ist. Erklärbar werden diese Relationen, wenn man starke Reibungskräfte zwischen in der Pressform gebildetem Pressling und Pressformwand in Rechnung stellt. Diese Reibungskräfte bedingen ein Einspannen der Salzpresslinge in der Pressform durch Querkräfte, die auch nach der axialen Druckentlastung noch zum großen Teil vorhanden sind. Mit steigender Presstemperatur verstärken sich die Reibungskräfte und damit die Einspannungskräfte, die beim Ausstoßen des Presslings aus der Pressform insbesondere dann Risse im Pressling produzieren können, wenn das Presslingsgefüge nach geringem axialem Pressdruck noch nicht so stabil ist.

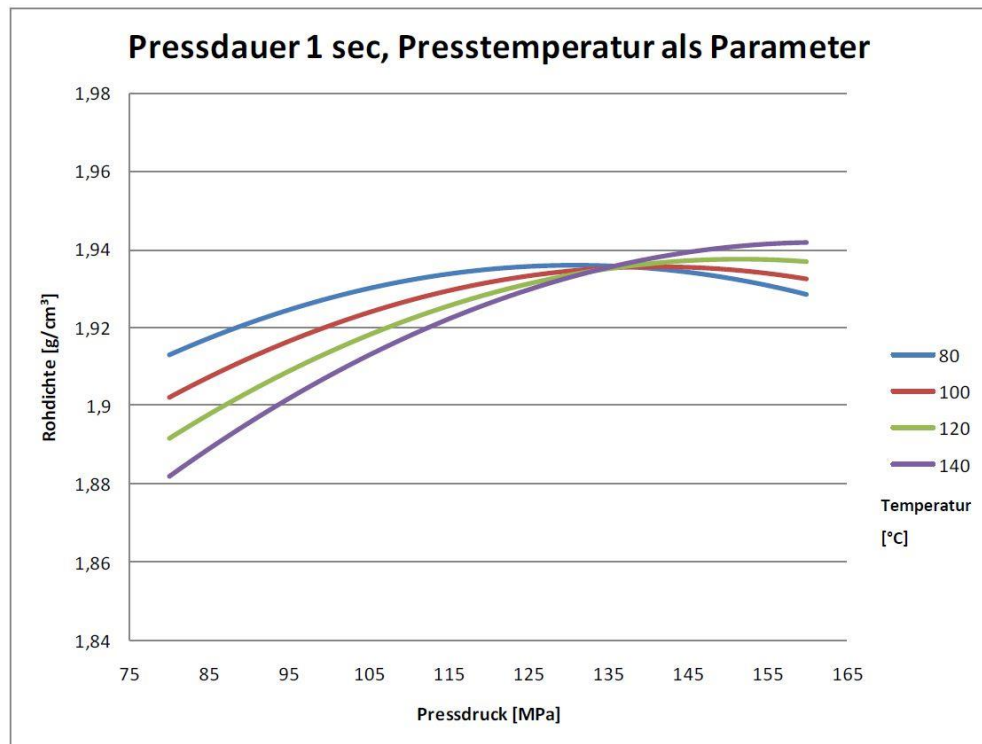


Abbildung 5-36 : Rohdichte über Pressdruck, 1 s Pressdauer

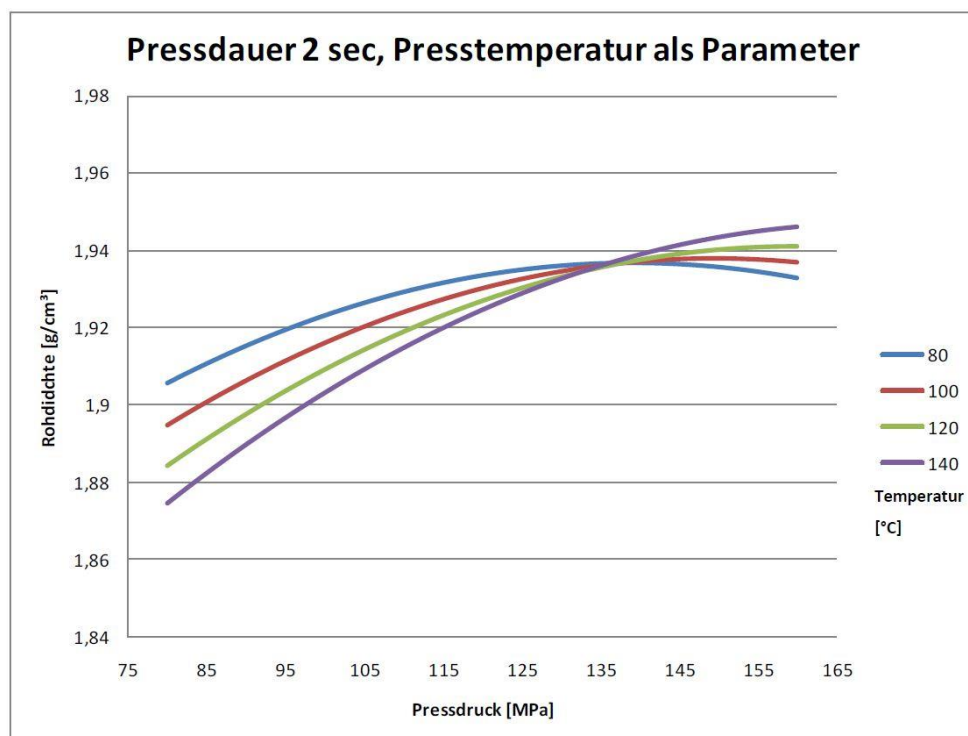


Abbildung 5-37 : Rohdichte über Pressdruck, 2 s Pressdauer

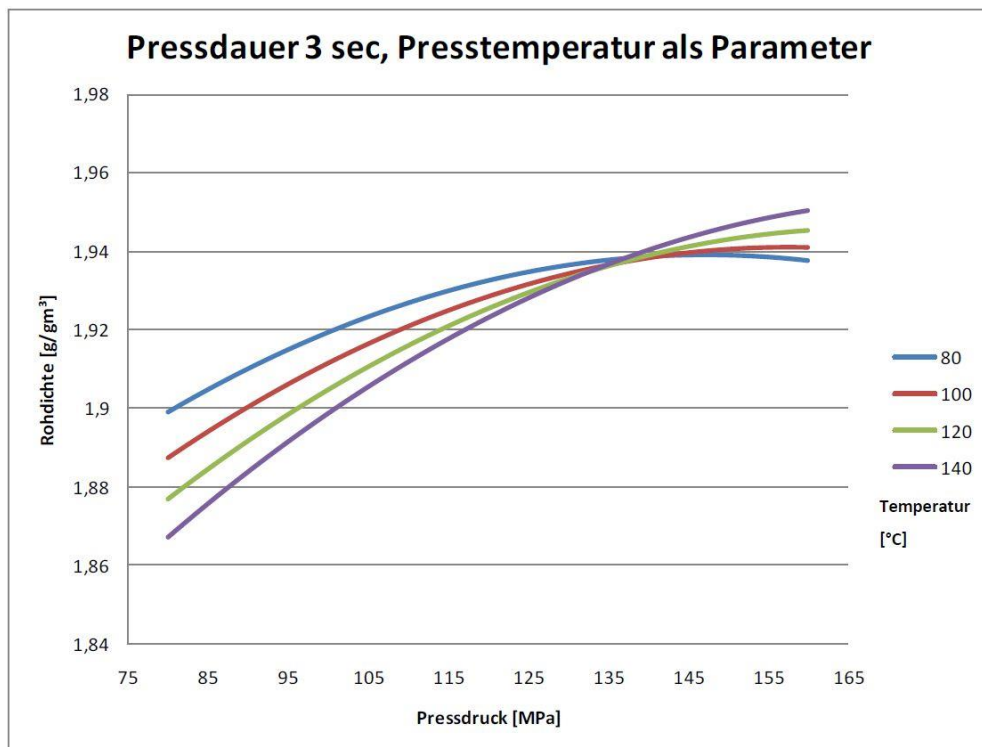


Abbildung 5-38 : Rohdichte über Pressdruck, 3 s Pressdauer

Im Pressdruck-Rohdichte-Diagramm (Abbildung 5-36 bis Abbildung 5-38) zeigt sich der bekannte Zusammenhang der Rohdichtesteigerung mit zunehmendem Pressdruck. Die Staffelung der Kurven sowie das vorhandene bzw. nicht vorhandene Pressdruckoptimum sind wiederum im Zusammenhang mit der Wirkung der Reibungskräfte an der Pressformwand zu sehen. Wie die Diagramme zeigen, gibt es einen Schnittpunktswert, ab dem eine Rohdichtesteigerung nicht mehr durch Temperaturabsenkung, sondern durch Temperatursteigerung erreicht werden kann. Dieser liegt nahezu unabhängig von der Pressdauer bei etwa 135 MPa. Es kann vermutet werden, dass für die Überwindung der Überpressungseffekte starke Schmelzbindungen notwendig sind, die bei hohen Presstemperaturen häufiger realisiert werden als bei niedrigen.

Für die Zielgröße Biegefestigkeit ergeben sich folgende Zusammenhänge (Abbildung 5-39 bis Abbildung 5-41):

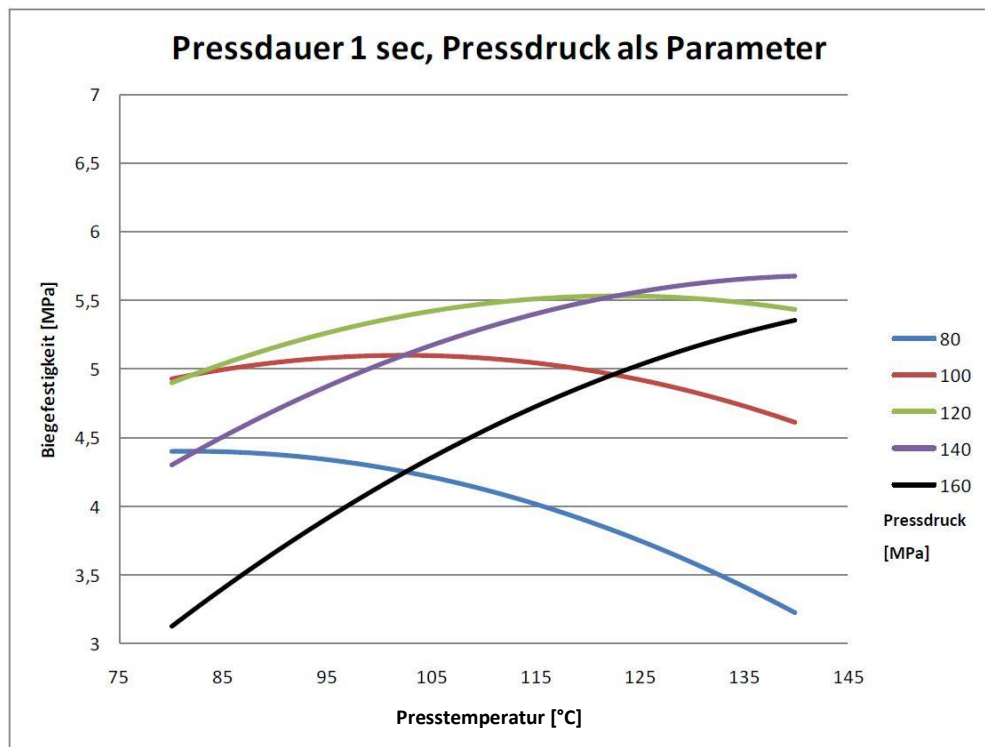


Abbildung 5-39 : Biegefestigkeit über Presstemperatur, 1 s Pressdauer

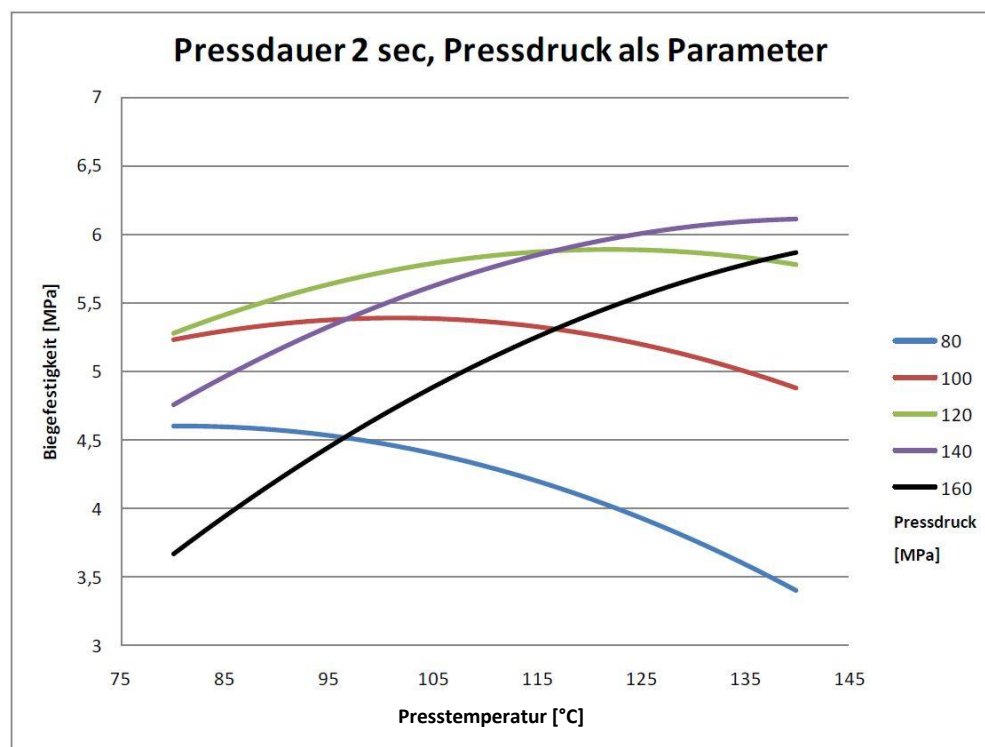


Abbildung 5-40 : Biegefestigkeit über Presstemperatur, 2 s Pressdauer

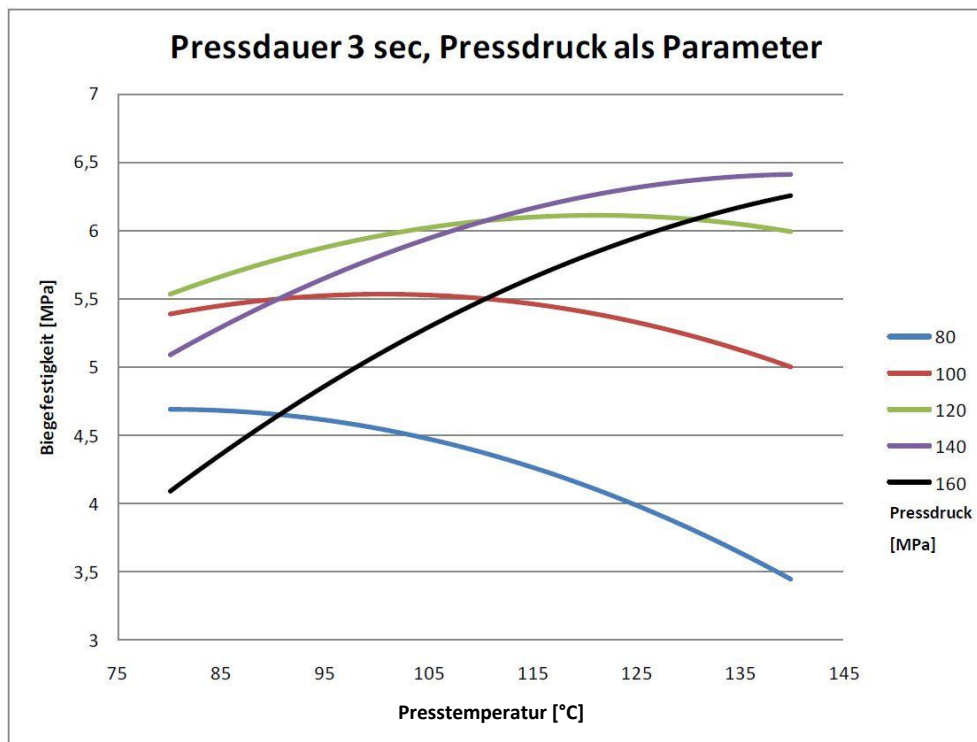


Abbildung 5-41 : Biegefestigkeit über Presstemperatur, 3 s Pressdauer

Die Presstemperatur-Biegefestigkeit-Charakteristiken sind stark gegenläufig und gekrümmt. Bei niedrigen Pressdrücken (80 MPa) fällt die Biegefestigkeit mit steigender Presstemperatur. Für mittlere Drücke ergibt sich innerhalb des untersuchten Faktorraumes ein Maximum (Graphen für 100 und 120 MPa). Hohe Pressdrücke bedingen einen durchgehenden Biegefestigkeitsanstieg über die Presstemperatur (140 und 160 MPa). Als Ursache für die unterschiedlichen Kurvenverläufe sowie die Kurvenstaffelung kommen die bereits diskutierten negativen und positiven Effekte hoher Presstemperaturen sowie pressdruckabhängige Überpressungserscheinungen in Frage. Während bei niedrigen Pressdrücken die negativen Temperaturwirkungen überwiegen können, weil der Pressling noch nicht so hoch verdichtet ist, kommen mit zunehmendem Pressdruck die positiven Wirkungen der Presstemperatur insbesondere hinsichtlich der Förderung von Schmelzhaftung zwischen den Salzpartikeln zum Tragen. Die Biegefestigkeiten bei 160 MPa Pressdruck liegen wegen Überpressung signifikant unter denen bei 140 MPa, womit also auch in der Pressdruckabhängigkeit ein Maximum auftritt.

Die Biegefestigkeit ist in der hier durchgeführten Modellbildung die mit Abstand empfindlichste Zielgröße. Die Abhängigkeit von Presstemperatur und Pressdruck ist vergleichsweise groß. Für die ungünstigsten Bedingungen (niedriger Pressdruck, hohe Temperatur) und die günstigsten Bedingungen (mittlerer bis hoher Pressdruck, hohe Temperatur) ergeben sich Zielgrößenwerte, welche sich fast um den Faktor Zwei unterscheiden.

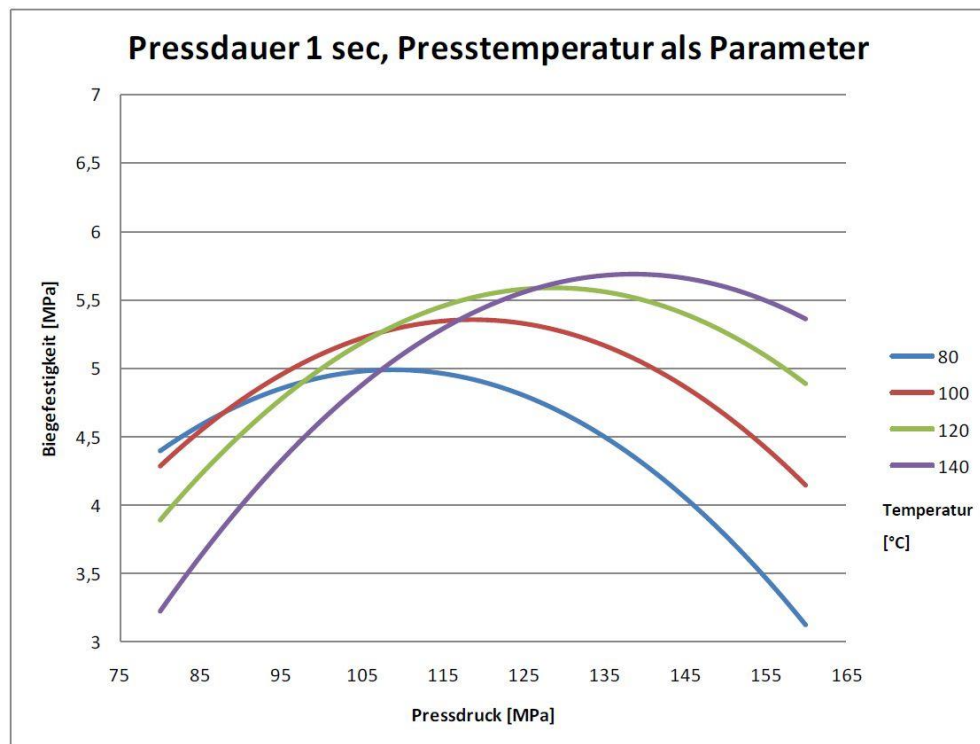


Abbildung 5-42 : Biegefestigkeit über Pressdruck, 1 s Pressdauer

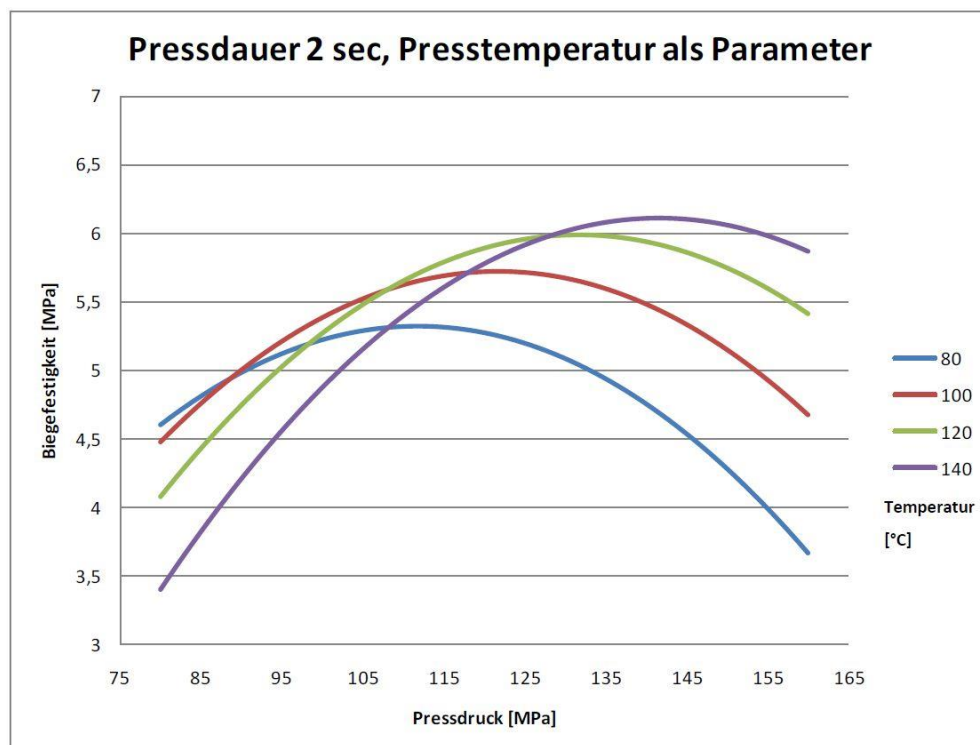


Abbildung 5-43 : Biegefestigkeit über Pressdruck, 2 s Pressdauer

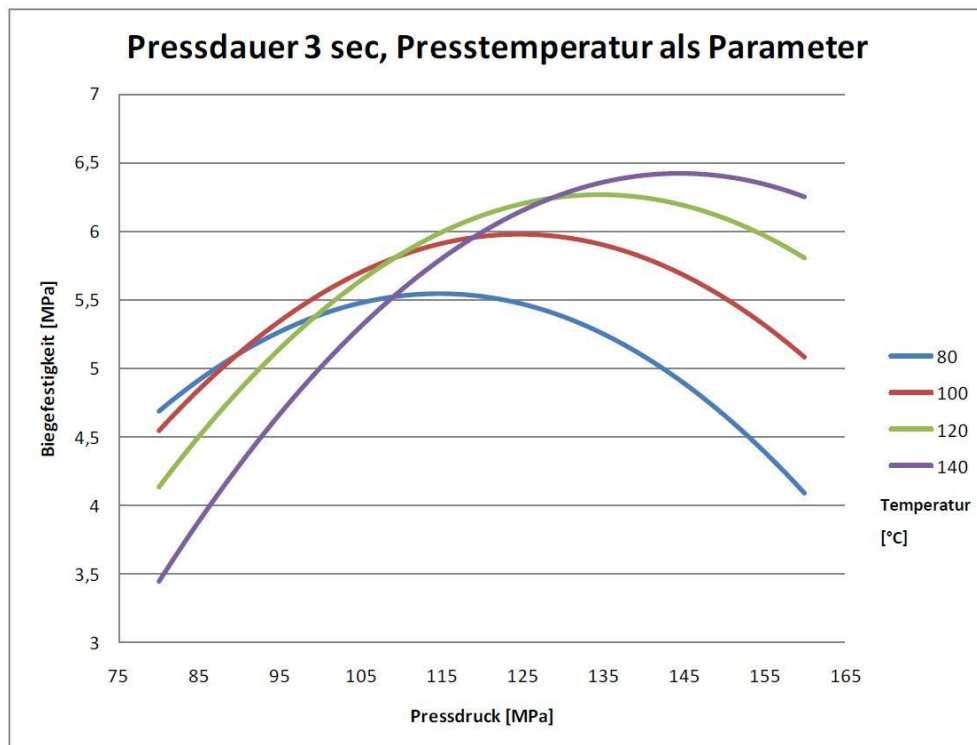


Abbildung 5-44 : Biegefestigkeit über Pressdruck, 3 s Pressdauer

Für die Pressdauer gilt wiederum, dass sie einen bemerkenswert geringen Einfluss auf die Trendverläufe hat, die erreichten Biegefestigkeiten jedoch insgesamt anhebt. Diese Steigerung ist relativ zu den Absolutwerten wesentlich ausgeprägter als bei den Zielgrößen Druckfestigkeit und Rohdichte.

Bei der Auftragung über dem Pressdruck (Abbildung 5-42 bis Abbildung 5-44) lässt sich die bereits erwähnte Maximabildung deutlicher erkennen. Für jede Presstemperatur existiert ein Pressdruckoptimum. Die Biegefestigkeit-Maxima sind in ihrer Lage als auch in ihrem Wert von der Temperatur abhängig. Das zeigt sich einerseits im Anstieg und andererseits in einer Rechtsverschiebung der Maxima.

Die Maxima begründen sich damit, dass eine Pressdruckerhöhung nur so lange festigkeitssteigernd wirken kann, wie keine Überpressung auftritt, in deren Folge Risschäden an den Presslingen eintreten. Diese wirken besonders biegefestigkeitsmindernd, da sie Kerbstellen für den durch Zugspannung ausgelösten Sprödbbruch darstellen. Allerdings kann noch nicht beurteilt werden, inwiefern sich diese Biegefestigkeitsschwäche auf das Zerkleinerungsverhalten und die Granulatqualität auswirkt. Es wäre denkbar, dass die Überpressungsschäden für einen schnellen Zerfall des Presslings im Mahlraum sorgen und dadurch sowohl Granulatausbeute als auch Granulatfestigkeit begünstigen.

Die Modellanalyse zeigt, dass Presstemperatur und Pressdruck im Einfluss auf die Presslingsqualität stark gekoppelt sind, was einmal mehr die Komplexität der Agglomerationstechnik zum einen und die Rechtfertigung der Modellierung zum anderen unterstreicht.

Tabelle 5-22 : Optimale Parameterkonstellationen des Kompaktierprozesses

	Presstemperatur [°C]	Pressdruck [MPa]	Pressdauer [s]
Maximale Druckfestigkeit	80	160	3
Maximale Rohdichte	135	160	3
Maximale Biegefestigkeit	140	145	3

Tabelle 5-23 : Zielgrößenwerte bei optimalen Kompaktierbedingungen

	Zielgröße 1 Druckfestigkeit, [MPa]	Zielgröße 2 Rohdichte, [g/cm ³]	Zielgröße 3 Biegefestigkeit, [MPa]
Maximale Druckfestigkeit	66,94	1,938	4,08
Maximale Rohdichte	62,65	1,950	6,16
Maximale Biegefestigkeit	62,21	1,944	6,42

5.5.4 ZUSAMMENFASSENDE BEWERTUNG

Die Modellierung des Kompaktierprozesses auf Basis statistischer Versuchsplanung ist gut gelungen. Die Eignung der Versuchstechnik unter den strengen Regeln der Versuchsplanung wird erneut bestätigt. Als vorteilhaft für die Modellgüte erweist sich gegenüber den Voruntersuchungen die Reduzierung der Einflussgrößenanzahl von 4 auf 3 sowie der Einsatz von mechanisch aktiviertem Kalisalz Sylvin Rot (USA). Die durch Prallzerkleinerung erreichte mechanische Aktivierung ist mit einer stofflichen Homogenisierung des Versuchsmaterials verknüpft, was den zufälligen Versuchsfehler reduziert. Die erreichten Modellgüten sind deshalb mit R_{sqr} -Werten von 0,95-0,97 noch besser als in den Voruntersuchungen.

Mit Hilfe des Polynom-Modells lassen sich die Zusammenhänge zwischen Einflussgrößen und Zielgrößen sehr gut analysieren, wenn entsprechende Abhängigkeitsgrafiken berechnet und dargestellt werden. Haupteinflussgrößen auf die Festigkeit und Rohdichte der Kalisalzpresslinge sind erstens der Pressdruck und in der Rangfolge nachgeordnet die Presstemperatur. Die dichte- und festigkeitssteigernde Wirkung des Pressdrucks ist signifikant, solange keine Überpressung zur Bildung von Makro- und Mikrorissen in den Presslingen führt.

Der Einfluss der Presstemperatur ist komplexer. Es existieren positive und negative Wirkungen in Abhängigkeit von Pressdruck und der betrachteten Zielgröße. Negative Wirkungen hängen immer zusammen mit einer Zunahme von Presslingsrissen infolge von Temperaturspannungen beim Abkühlen der Presslinge sowie infolge einer zunehmenden Reibungsarretierung der Presslinge in der Pressform. Positive Wirkungen sind auf die Erhöhung der Druckplastizität des Salzes sowie auf eine Begünstigung der Ausbildung von Schmelzbrücken zwischen den Salzpartikeln zurückzuführen. Je nach pressdruckabhängiger Dominanz der Wirkungen auf die betrachtete Zielgröße ergeben sich positive oder negative ϑ_p -Charakteristika oder Charakteristika mit Maximausbildung.

Die Pressdauer hat den geringsten Einfluss auf die Zielgrößen Druckfestigkeit, Rohdichte und Biegefestigkeit. Offensichtlich steigt der Dichtegrad der Kalisalzpresslinge unter der Einwirkung von Pressdruck und Presstemperatur bereits so weit an, dass eine Verlängerung der Pressdauer nicht mehr viel zugunsten der Presslingsqualität bewirken kann. Für die Kompaktierung mit Walzenpressen ist dieser Befund von großem Vorteil. Wenn keine Rücksicht auf die Walzenumfangsgeschwindigkeit hinsichtlich der erforderlichen Pressdauer genommen werden muss, lassen sich hohe Produktionsraten für das Pressprodukt realisieren.

Die anhand der Pressversuche mit der hydraulischen Stempelpresse gefundenen Zusammenhänge zwischen Einflussgrößen und Zielgrößen des Kompaktierprozesses gelten zumindest qualitativ auch für die Walzenpressenkompaktierung und sind aus diesem Grund praxisrelevant.

Anhand des Kompaktiermodells lassen sich optimale Parameterkonstellationen für die Zielgrößen berechnen (siehe Tabelle 5-22) mit den zugehörigen maximalen Zielgrößenwerten (siehe Tabelle 5-23). Eine hohe Presslingsfestigkeit bildet die Grundlage für die Erzeugung von festem Kalisalzgranulat. Ob jedoch mit hoher Druckfestigkeit oder Biegefestigkeit der Presslinge auch hohe Granulatausbeuten und Granulatfestigkeiten realisiert werden können, hängt von der Ein-

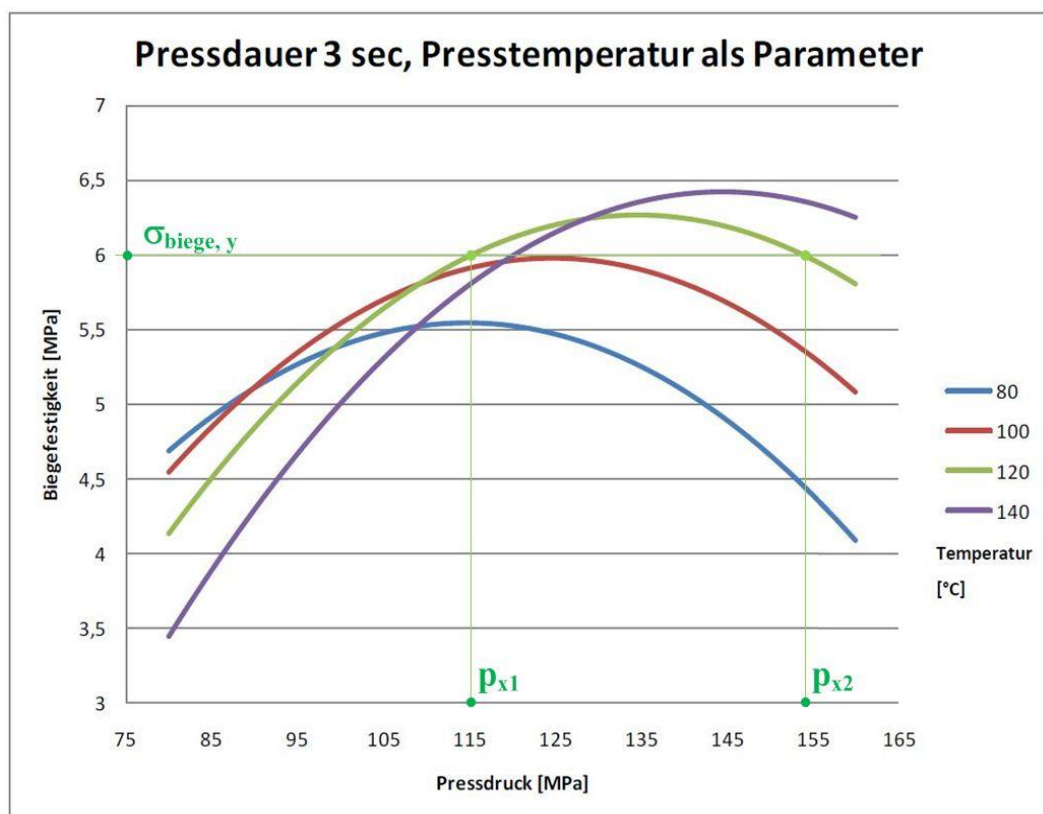


Abbildung 5-45 : Besonderheiten des Funktionsverhaltens für die Biegefestigkeit

stellung des Zerkleinerungsapparates ab. Eine zu hohe Beanspruchungsintensität oder eine zu lange Verweildauer in dem Brecher können alle Anstrengungen zur Optimierung des Kompaktierprozesses zunichtemachen. Deshalb ist die Optimierung des Zerkleinerungsprozesses ebenfalls unbedingt notwendig.

Zur Erstellung eines Gesamtmodells für das Kompaktier-/Zerkleinerungs-Verfahren war beabsichtigt, die Biegefestigkeit der Kalisalzpresslinge als Kopplungsparameter für die Vereinigung von Kompaktiermodell und Zerkleinerungsmodell zu verwenden. Die Ergebnisse der Modellierung des Kompaktierprozesses machen deutlich, dass eine solche Vorgehensweise nicht zielführend ist. Die Abbildung 5-45 veranschaulicht die Problematik. Im praktisch relevanten Einfluss-

größenbereich werden Presslinge gleicher Biegefestigkeit bei unterschiedlichen Wertekombinationen der Einflüsse hergestellt, die sich jedoch in ihrer inneren Struktur maßgeblich unterscheiden müssen. Es ist nicht zu erwarten, dass die Presslinge gleicher Biegefestigkeit, die sowohl bei niedrigem als auch bei hohem Pressdruck entstehen, gleiches Zerkleinerungsverhalten aufweisen. Die unter Überpressungsbedingungen erzeugten, stärker rissigen Presslinge sollten wesentlich bessere Zerkleinerungseigenschaften haben. Sowohl die Granulatausbeute als auch die Granulatfestigkeit sollte für diese Presslinge höher sein, weil die Presslingssubstanz in den rissfreien Zonen fester ist und der Zerfall der Presslinge auf Granulatgröße wegen der Risse schneller geht. Bei einer Verwendung der Druckfestigkeit als Kopplungsparameter würden ähnliche Probleme bestehen. Ein brauchbares Gesamtmodell muss deshalb auf der Basis eines statistischen Versuchsplanes ermittelt werden, in dem sowohl Einflussgrößen des Kompaktierprozesses als auch Einflussgrößen des Zerkleinerungsprozesses berücksichtigt werden unter Reduzierung der Gesamtzahl an Parametern. Die Kopplungsidee muss als hinfällig betrachtet werden.

5.6 KOMPLEXMODELL ZUR KOMPAKTIERUNG UND ZERKLEINERUNG

5.6.1 VORBEMERKUNGEN

Unter Berücksichtigung der Ergebnisse der Modellierung des Kompaktierprozesses wurde ein Komplexmodell konzipiert, dessen Grundstruktur die Abbildung 5-46 aufzeigt



Abbildung 5-46 : Komplexmodell zur Kalisalgranulatherstellung

Als Einflussgrößen wurden die wichtigsten für den Kompaktier- und für den Zerkleinerungsprozess festgelegt. Die Wahl der Presslingshöhe, der Rotorumfangsgeschwindigkeit und der Spaltweite des Austragsiebes als Einflussgrößen erfolgte anhand der Ergebnisse der Voruntersuchungen sowie in Auswertung der Literatur [1, 2, 30].

Die Zielgrößen für das Komplexmodell sollten die Granulatausbeute und die Granulatabriebfestigkeit sein.

Die Aufstellung des Komplexmodells erfolgte auf der Basis eines zentral zusammengesetzten Versuchsplanes ohne Blockbildung mit fünf Einflussgrößen.

5.6.2 MODELLAUFSTELLUNG

In Tabelle 5-24 sind die fünf Einflussgrößen des Versuchsplanes einschließlich deren formaler Bezeichnung und physikalischer Einheit zusammengestellt. Die Presstemperatur ϑ_p und der Pressdruck p sind die wichtigsten Einflussgrößen des Kompaktierprozesses. Die Rotorumfangsgeschwindigkeit v_{um} und die Spaltweite des Austragssiebes (Rost) s_R sind die wichtigsten Einflussgrößen des Zerkleinerungsvorgangs. Bei der Presstemperatur und dem Pressdruck handelt es sich um verfahrenstechnische Parameter, die an der verwendeten hydraulischen Stempelpresse eingestellt werden. Nach der Kompaktierung sind diese Größen zusammen mit der Presslingsdicke als materialkennzeichnende Größen der Agglomerate zu verstehen, die das Zerkleinerungsergebnis nicht beeinflussen. Bei der Rotorumfangsgeschwindigkeit und der Rostspaltweite handelt es sich um verfahrenstechnische Einflussgrößen, die am Zerkleinerungsapparat (Hammerbrecher) eingestellt werden.

Tabelle 5-24 : Einflussgrößen des Versuchsplanes (SVP Nr. 3)

Einflussgröße	Formelzeichen		Einheit	Prozesseingangsgrößen
Presstemperatur	ϑ_p	x_1	°C	Agglomeration (Kompaktierung)
Pressdruck	p	x_2	MPa	
Presslingshöhe (-dicke)	h_p	x_3	mm	Zerkleinerung
Rotorumfangsgeschwindigkeit	v_{um}	x_4	m/s	
Spaltweite des Austragssiebes (Rost)	s_R	x_5	mm	

Zur Beurteilung des Erfolgs der Granulatherstellung wurden die Zielgrößen Granulatausbeute 2 bis 4 mm, Granulatausbeute 1 bis 4 mm und Überkornanteil > 4 mm bei einstufiger Prallzerkleinerung sowie die Abriebfestigkeit $R_{0,5}$ des Granulates erfasst. Diese Zielgrößen charakterisieren letztendlich die Wirtschaftlichkeit der Aufbereitungsanlage für das Kalisalz Sylvin Rot (USA). Bei den Granulatausbeuten handelt es sich um Nettogranulatausbeuten, das heißt selbige Werte beziehen sich auf den einmaligen Anlagendurchlauf des Kalisalzes ohne Kreislaufschaltung. Die Abriebfestigkeit des Granulates ist ein Maß für die zu fordernde mechanische Stabilität beim Transport und Austragen. Eine hohe Abriebfestigkeit ist notwendig, damit das Granulat überhaupt anwendungs- und dadurch verkaufsfähig ist. Ziel der Optimierung ist die Ermittlung von Parameterkonstellationen, unter denen die Granulatausbeuten Ψ_{2-4} bzw. Ψ_{1-4} und die Granulatfestigkeit $R_{0,5}$ maximal werden.

Die Zielgrößen sind in Tabelle 5-25 aufgelistet. Die Bestimmung des Überkornanteils > 4 mm ($\Psi_{>4}$) aus der Siebanalyse des Zerkleinerungsproduktes ist wichtig für die Ermittlung einer zusätzlichen Granulatausbeute, die durch Nachzerkleinern des Überkorns anfallen würde.

Tabelle 5-25 : Zielgrößen des Versuchsplanes (SVP Nr. 3)

Zielgröße	Formelzeichen		Einheit
Granulatausbeute 2-4 mm	Ψ_{2-4}	y_1	%
Granulatabriebfestigkeit	$R_{0,5}$	y_2	%
Granulatausbeute 1-4 mm	Ψ_{1-4}	y_3	%
Überkornanteil > 4 mm	$\Psi_{>4}$	y_4	%

In Tabelle 5-26 sind die gemäß Versuchsplan einzustellenden Einflussgrößenniveaus angegeben. Für den zusammengesetzten Versuchsplan mit fünf Einflussgrößen sind 43 Hauptversuche (siehe Tabelle 5-4) durchzuführen: 32 Würfelpunktversuche, 10 Sternpunktversuche und ein Zentralpunktversuch (siehe Gleichungen von 2 bis 5). Aus Gleichung 11 ergibt sich der α -Wert zu 1,596.

Tabelle 5-26 : Niveauewerte der Einflussgrößen (SVP Nr. 3)

	ϑ_p [°C]	p [MPa]	h_p [mm]	v_{um} [m/s]	s_R [mm]
Variationsbereich	80 bis 140	80 bis 160	10 bis 20	10 bis 25	7 bis 13
$-\alpha$-Niveau	80	80	10	10	7
-1-Niveau	91,2	94,9	11,9	12,8	8
0-Niveau	110	120	15	17,5	10
+1-Niveau	128,8	145,1	18,1	22,2	12
α-Niveau	140	160	20	25	13

Die Variationsbereiche der Faktoren entsprechen praktischen (industriellen) Gegebenheiten.

Bei der Bestimmung der Niveauewerte des Faktors s_R wurde aus praktischen Gründen nicht von den α -Grenzen auf die Werte der Niveaus -1 und +1 geschlossen, sondern umgekehrt von den festgelegten Niveaus -1 und +1 per Strahlensatz auf die $+\alpha$ und $-\alpha$ -Niveaus. Die Grenzwerte des Variationsbereiches (6,8 und 13,2) mussten auf ganze Zahlen gerundet werden, da die Spaltweite

des Brecheraustragrostes nur in 1-mm-Schritten verändert werden kann. Man kann dies als geringfügigen, zulässigen Systemfehler betrachten.

Entsprechend den Anforderungen an den Aufbau statistischer Versuchspläne (siehe Abschnitt 5.3) ist mit den Parameterbereichen, die in der Tabelle 5-26 zusammengestellt sind, der Versuchsplan (SVP Nr. 3) aufgestellt worden (siehe Anlage 29). Für die Sicherstellung der Orthogonalität wurde die Korrektur ($\frac{1}{c^*}$) der quadratischen Glieder des transformierten Polynoms nach Gleichung 10 berechnet und beträgt 0,863.

Eine vereinfachte Versuchsplantabelle (siehe Anlage 31) wurde für die experimentelle Versuchsdurchführung aufgestellt.

Modellbildung

Um eine ausreichende Modellgüte zu erreichen, wurden 30 Presslinge pro Versuchspunkt auf der hydraulischen Stempelpresse hergestellt und mit dem Hammerbrecher zerkleinert. Das aus dem Versuchsplan ableitbare nichtlineare Modell hat die allgemeine Form:

$$\begin{aligned} \hat{y} = & b_0 + b_1X_1 + b_2X_2 + b_3X_3 + b_4X_4 + b_5X_5 + b_{12}X_1X_2 + b_{13}X_1X_3 + b_{14}X_1X_4 + \\ & + b_{15}X_1X_5 + b_{23}X_2X_3 + b_{24}X_2X_4 + b_{25}X_2X_5 + b_{34}X_3X_4 + b_{35}X_3X_5 + b_{45}X_4X_5 + \\ & + b_{11}(X_1^2 - 0,863) + b_{22}(X_2^2 - 0,863) + b_{33}(X_3^2 - 0,863) + b_{44}(X_4^2 - 0,863) + \\ & + b_{55}(X_5^2 - 0,863) \end{aligned} \quad (29)$$

Die Berechnung der Koeffizienten der linearen, bilinearen und korrigierten quadratischen Polynomglieder sowie die Ermittlung des Absolutgliedes erfolgte über die Gleichungen 16 bis 20. In Tabelle 5-27 sind die aus dem Versuchsplan berechneten Koeffizienten der transformierten Modellgleichungen für die betrachteten Zielgrößen aufgelistet.

Tabelle 5-27 : Modellkoeffizienten (transformiert), SVP Nr. 3

Koeffizient	ψ_{2-4}	$R_{0,5}$	ψ_{1-4}	$\psi_{>4}$
b_0	12,5443	48,5587	19,2933	19,1226
b_1	0,4299	-1,7508	0,64	-0,2116
b_2	2,0449	7,3503	2,8349	2,7531
b_3	-0,7276	-3,0087	-0,9465	-1,6022
b_4	-0,8798	4,7292	-0,8378	-5,2242
b_5	-0,7407	-0,0575	-1,1935	5,3549
b_{12}	0,5313	2,0503	0,7813	0,4563
b_{13}	0,9063	2,5141	1,2438	1,3813
b_{14}	0,65	3,8191	0,9	1,0625
b_{15}	-0,4313	-2,9178	-0,6125	-0,4688
b_{23}	-0,0438	0,1084	-0,0438	-0,0938
b_{24}	0,3125	0,5284	0,5625	-0,0875
b_{25}	-0,0937	0,4403	-0,2	1,0063
b_{34}	-0,0125	-0,8953	-0,1	0,1625
b_{35}	0,1938	-1,2959	0,3	-0,2938
b_{45}	0,75	1,4116	0,9312	-1,2
b_{11}	-0,7957	-4,9123	-1,2159	-1,6485
b_{22}	-0,8938	-3,4676	-1,3337	-2,1393
b_{33}	0,1858	1,7852	0,1777	0,1573
b_{44}	-0,5012	-1,7049	-0,7841	1,021
b_{55}	0,4606	-0,2405	0,6685	0,4518

In Tabelle 5-28 sind die Modellkoeffizienten der rücktransformierten Funktionen zusammengestellt.

Tabelle 5-28 : Modellkoeffizienten (rücktransformiert), SVP Nr. 3

Koeffizient	ψ_{2-4}	$R_{0,5}$	ψ_{1-4}	$\psi_{>4}$
b_0	37,6	-86,8	43,6	-13,7
b_1	0,145	1,87	0,27	0,469
b_2	0,281	0,947	0,408	0,638
b_3	-2,74	-8,01	-3,49	-3,12
b_4	-1,36	-2,27	-1,58	-2,77
b_5	-3,4	9,8	-4,61	2,31
b_{12}	0,00113	0,00435	0,00166	0,000969
b_{13}	0,0154	0,0427	0,0211	0,0235
b_{14}	0,00736	0,0432	0,0102	0,012
b_{15}	-0,0122	-0,0826	-0,0173	-0,0133
b_{23}	-0,000558	0,00138	-0,000558	-0,00119
b_{24}	0,00265	0,00449	0,00478	-0,000743
b_{25}	-0,00199	0,00935	-0,00425	0,0214
b_{34}	-0,000849	-0,0608	-0,00679	0,011
b_{35}	0,0329	-0,22	0,0509	-0,0499
b_{45}	0,0849	0,16	0,105	-0,136
b_{11}	-0,00225	-0,0139	-0,00344	-0,00467
b_{22}	-0,00142	-0,00552	-0,00212	-0,00341
b_{33}	0,0189	0,182	0,0181	0,016
b_{44}	-0,0227	-0,0772	-0,0355	0,0462
b_{55}	0,13	-0,0681	0,189	0,128

Um eine noch bessere Anpassung an die gemessenen Zielgrößenwerte zu erreichen, wurde mit dem Programm SigmaSTAT eine iterative Regressionsoptimierung basierend auf dem Lösungsalgorithmus von Marquardt-Levenberg durchgeführt (siehe Anlage 33). Dabei wurden die Modellkoeffizienten in ihrer Wirkungsrichtung, das heißt im Vorzeichen, nicht verändert (siehe Tabelle 5-29 im Vergleich zu Tabelle 5-28).

Unter Verwendung der optimierten Modellkoeffizienten wurde die Modellbewertung durchgeführt.

Tabelle 5-29 : Modellkoeffizienten nach der Regressionsoptimierung, SVP Nr. 3

Koeffizient	ψ_{2-4}	$R_{0,5}$	ψ_{1-4}	$\psi_{>4}$
b_0	36,0231	-82,4949	41,1414	-13,0063
b_1	0,1382	1,7838	0,26	0,4609
b_2	0,2807	0,9289	0,4063	0,6503
b_3	-2,7339	-8,3778	-3,4818	-3,1775
b_4	-1,3010	-2,2678	-1,5106	-2,8524
b_5	-3,3876	9,1675	-4,6042	2,1352
b_{12}	0,0011273	0,0043379	0,0016577	0,00096537
b_{13}	0,0156	0,0431	0,0214	0,0237
b_{14}	0,0073633	0,0432	0,0102	0,012
b_{15}	-0,0114	-0,0777	-0,0163	-0,0125
b_{23}	-0,00055135	0,0013668	-0,00054671	-0,0012113
b_{24}	0,0026548	0,0044683	0,0047761	-0,00074462
b_{25}	-0,0018504	0,0087264	-0,00396	0,02
b_{34}	-0,00080873	-0,0615	-0,0067931	0,0111
b_{35}	0,0314	-0,2094	0,0486	-0,0476
b_{45}	0,0799	0,15	0,0992	-0,1278
b_{11}	-0,0022655	-0,0137	-0,0034594	-0,0046731
b_{22}	-0,0014287	-0,005413	-0,0021313	-0,0033996
b_{33}	0,0185	0,1893	0,0175	0,0162
b_{44}	-0,0229	-0,074	-0,0358	0,0463
b_{55}	0,1313	-0,0591	0,19	0,1242

Die Gesamtansicht des optimierten mathematisch-statistischen Komplexmodells (SVP Nr. 3) zum Kompaktier-/Zerkleinerungs-Verfahren enthält Anlage 32.

5.6.3 MODELLBEWERTUNG

Die Modellgüte für jede Zielgröße wurde bei der Regressionsanalyse im Programm „SigmaSTAT“ berechnet und in den jeweiligen Protokollen (siehe Anlage 33) ausgewiesen. Eine Zusammenstellung der R_{sqr} -Werte enthält Tabelle 5-30.

Tabelle 5-30 : Bestimmtheitsmaß (Modellgüte) der Zielfunktionen, SVP Nr. 3

	Zielgröße 1 (Granulatausbeute) Ψ_{2-4}	Zielgröße 2 (Granulat- abriebfestigkeit) $R_{0,5}$	Zielgröße 3 (Granulatausbeute) Ψ_{1-4}	Zielgröße 4 (Granulatausbeute) $\Psi_{>4}$
Bestimmtheitsmaß (Modellgüte) R_{sqr} oder R^2	0,815	0,710	0,816	0,917

Das beste Bestimmtheitsmaß besitzt die Modellgleichung für den Überkornanteil. Ab einem R_{sqr} von 0,8 wird eine sehr gute Übereinstimmung zwischen beobachteten und berechneten Werten erreicht [51]. Die Zielfunktionen der Granulatausbeute 2-4 mm und 1-4 mm weisen gute Bestimmtheitsmaße auf. Am niedrigsten ist der R_{sqr} -Wert für die Zielgröße Abriebfestigkeit, die zum Nachweis der Produktqualität als primäre Zielgröße behandelt wird. Trotz unterschiedlich hoher Bestimmtheitsmaße können alle Modelle angewendet werden, um Aussagen zu den grundsätzlichen Zusammenhängen zu erhalten. Es ist anzumerken, dass bisher noch kein Gesamtmodell zur Kompaktier-Granulierung aufgestellt wurde beziehungsweise bekannt ist und somit keine Vergleiche mit anderen Modellen gleichen Einflussgrößenumfangs gezogen werden können.

Dem Umstand der nur befriedigenden Modellanpassung für die Zielgröße $R_{0,5}$ liegt sicherlich das Problem zu Grunde, dass jede hinzukommende Einflussgröße zwangsläufig eine zusätzliche Streuung auf die Zielgröße hervorruft, da apparativ bedingt Grenzen in der Einstellgenauigkeit der Einflussgrößen nicht vermeidbar sind. Außerdem vergrößern sich mit zunehmender Faktorenanzahl bei zentral zusammengesetzten Versuchsplänen die modellunsicheren Bereiche im Verhältnis zum gesamten Wertebereichsraum aufgrund der steigenden α -Werte. Weitere Ursachen können speziell in folgenden Punkten gesehen werden:

- Der Abriebtest konnte entgegen dem Standard nur einmal je Versuchspunkt durchgeführt werden, da nicht bei jeder Versuchsprobe genügend Material der benötigten Fraktion für einen zweiten Abriebtest vorhanden war.
- Es wurde ein nicht drehbarer Versuchsplan ausgeführt, um die Anzahl der Versuche und den Auswertungsaufwand so gering wie möglich zu halten.
- Für die Einflussgröße Maschenweite des Austragssiebes s_R mussten die Werte der $-\alpha$ - und $+\alpha$ -Niveaus gerundet werden, da die Siebmaschenweiten nur in ganzen mm-Schritten verstellbar waren.

Das Modell wird genutzt, um die optimalen Parameterkonstellationen für die Zielgrößen rein mathematisch festzustellen. Die Klärung von Zusammenhängen soll jedoch anhand von modellbasierten Grafiken erfolgen. Zur Diskussion der Einflussgrößen werden die Kurvenverläufe der Zielfunktionen Granulatausbeute 2-4 mm und Abriebfestigkeit $R_{0,5}$ zunächst für den Fall gezeigt, dass nur eine der Einflussgrößen ϑ_p , p und h_p veränderlich ist und die restlichen konstant gehalten werden. Anschließend wird eine kombinierte Betrachtung angestellt. Dabei werden die Einflussgrößen ϑ_p , p und h_p gleichzeitig verändert, um auf Wechselwirkungseffekte der Faktoren auf die jeweilige Zielgröße aufmerksam zu machen. Es werden nur Diagramme für die Granulatausbeute 2-4 mm dargestellt, da die gleichen qualitativen Zusammenhänge bezüglich der Faktoren ϑ_p , p und h_p auch für die Granulatausbeute 1-4 mm gelten.

Für die Faktoren Rotorumfangsgeschwindigkeit v_{um} und Spaltweite des Austragssiebes s_R ergeben sich bei getrennter Optimierung der Zielfunktionen gegensätzliche Werte, wo hingegen für ϑ_p , p und h_p ähnliche Optimalwerte zu finden sind. Aus diesem Grund wird die grafische Interpretation von v_{um} und s_R nach der Betrachtung der Optimalwerte für ϑ_p , p und h_p vorgenommen.

Die in den Diagrammen variierten Faktoren werden über ihren gesamten Variationsbereich hinweg betrachtet. Die nicht veränderten Faktoren befinden sich auf ihrem 0-Niveau.

Alle folgenden Diagramme wurden mit Hilfe des Programmes „Mathcad“ erstellt. Deshalb haben die Symbole der Einflussgrößen wegen der Besonderheiten der Symboleingabe und -bezeichnung in diesem Programm keinen Index (siehe Tabelle 5-31).

Tabelle 5-31 : Äquivalente Symbolbezeichnung in "Mathcad"

Hauptsymbolbezeichnung	ϑ_p	P	h_p	v_{um}	s_R
Symbolbezeichnung in „Mathcad“	ϑ	P	h	v	s

Einzelkurven für Presstemperatur, Pressdruck und Presslingshöhe

Für die Granulatausbeute 2-4 mm und die Abriebfestigkeit $R_{0,5}$ sind in Abbildung 5-47 quadratische Zusammenhänge mit Maximum innerhalb des Variationsbereiches der Presstemperatur ersichtlich. Die Maxima liegen bei geringfügig voneinander abweichenden Presstemperaturen.

Die Presstemperatur nimmt Einfluss auf das Verdichtungsverhalten des Pressgutes und die Ausprägung der Bindemechanismen im Pressling. Außerdem hat sie über die Reibungsarretierung und Abkühlspannung Einfluss auf die Rissigkeit der Presslinge und damit auf ihr Spröbruchverhalten. Die Effekte sind komplex und zum Teil gegenläufig, was die Interpretation der Zielgrößenverläufe und eine genaue Ursachenzuordnung erschwert.

Die wechselseitig wirkenden Ursachen für den steigenden und abfallenden Trend in den Kurven der Granulatausbeute und Abriebfestigkeit liegen in der Zunahme der Presslingsfestigkeit mit steigender Presstemperatur bei gleichzeitiger Zunahme der Presslingsrissigkeit und Versprödung der Presslingssubstanz begründet.

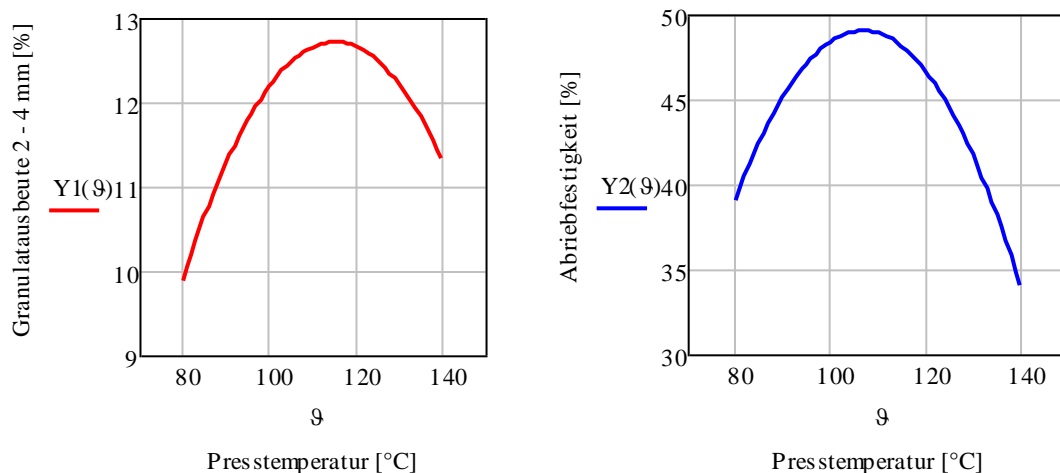


Abbildung 5-47 : Granulatausbeute 2-4 mm und Abriebfestigkeit in Abhängigkeit von der Presstemperatur

Mit zunehmender Temperatur wirkt sich die Zunahme der Festigkeit, Rissigkeit und Sprödigkeit der Presslinge zunächst positiv auf die Granulatausbeute aus. Die Presslinge können in einem zunehmenden Maße mit kleinerer Anzahl an Beanspruchungen zu Zielkorn gebrochen werden, dabei nimmt die Bildung von Feinkorn ab. Als energetischer Grund wird in der Literatur die wachsende Differenz zwischen Zerkleinerungswiderstand und aufgewendeter Zerkleinerungsenergie angegeben [14, 23, 34, 41, 48, 49].

Ab einer bestimmten Temperatur sinkt die Granulatausbeute jedoch wieder ab, wenn sich die Festigkeit und Sprödigkeit der Presslinge auf überoptimalem Niveau befindet. Durch die Zunahme der Presslingsfestigkeit erhöht sich die Verweilzeit der Presslinge im Zerkleinerungsraum. Im Zusammenhang mit der kleiner werdenden Plastizität der Presslinge kommt es zum Anstieg des Feinkornes im Zerkleinerungsprodukt.

Auf die Abriebfestigkeit wirkt sich die Erhöhung der Festigkeit, Rissigkeit und Sprödigkeit zunächst auch positiv aus. Es gelangen zunehmend festere Körner in das Granulat. Ein zu hohes Niveau an Sprödigkeit und Festigkeit der Presslinge kann jedoch folgende negative Effekte hervorrufen: Aufgrund der größeren Verweilzeit der Presslinge mit höherer Festigkeit werden größere Bestandteile auf dem Austragsrost durch zu häufige Beanspruchung im Inneren geschwächt, es gelangt auch schwächeres Material in das Größengebiet des Zielkornes. Aufgrund der verstärkten Rissigkeit und Sprödbbruchneigung der Presslinge bei größeren Temperaturen entstehen zunehmend splittrige Granulatkörner.

Es wird angenommen, dass die Abriebfestigkeit des Granulates nach der gewählten Bestimmungsmethode (siehe Abschnitt 3.2) zum größten Teil von der Festigkeit der Einzelkörner abhängig ist. Jedoch besitzt auch die Kornform einen Einfluss auf die Abriebfestigkeit. Splittrige Körner bilden mehr Abrieb, wenn sie mit anderen Körnern in Kontakt geraten oder auf festen Oberflächen reiben. Zum Abbrechen materialschwächerer Kornstellen sind weniger starke Kräfte notwendig.

Tabelle 5-32 : Veränderung des Über- und Unterkornanteiles in Abhängigkeit von der Presstemperatur

ϑ_p [°C]	80	90	100	110	120	130	140
$\psi_{>4}$ [%]	15,23	17,46	18,75	19,1	18,53	17,02	14,58
$\Delta\psi_{>4}$ [%]		2,23	1,29	0,35	-0,57	-1,51	-2,44
$\psi_{<2}$ [%]	74,88	71,28	69,01	68,24	68,81	70,76	74,1
$\Delta\psi_{<2}$ [%]		-3,6	-2,27	-0,77	0,57	1,95	3,34
ψ_{2-4} [%]	9,89	11,26	12,18	12,65	12,66	12,22	11,33

In Tabelle 5-32 werden die Veränderungen der Fein- und Überkornanteile in Abhängigkeit von der Presstemperatur genauer betrachtet. Zu erkennen ist, dass die Presstemperatur den Unterkornanteil $\psi_{<2}$ im Zerkleinerungsprodukt stärker beeinflusst als den Überkornanteil $\psi_{>4}$. Eine steigende Granulatausbeute ist im unteroptimalen Temperaturbereich anzutreffen, da der Grob- gutanteil weniger stark zunimmt als sich der Feingutanteil verringert. Ab einer bestimmten Temperatur beginnen die Überkornanteile zu sinken und die Feingutanteile zu steigen. Der Feingut-

anteil nimmt aber stärker zu als der Überkornanteil sinkt, weshalb die Granulatausbeute abnimmt.

Zu hohe Presstemperaturen können auch anderweitig nachteilig sein. Es verschlechtert sich zum Beispiel die Rieselfähigkeit des Feinsalzes oder die Haftung an die Presswalze verstärkt sich. Damit wird die gleichmäßige Zufuhr des Salzes in den Walzenspalt behindert, was eine wichtige Bedingung für die Herstellung einer möglichst konstanten Presslingsqualität ist.

Der Pressdruck beeinflusst die Granulatausbeute Ψ_{2-4} und die Abriebfestigkeit $R_{0,5}$ im Vergleich zu den anderen Faktoren am stärksten. Anhand von Abbildung 5-48 wird ersichtlich, dass sich der Pressdruck auf beide Zielgrößen in gleicher beziehungsweise stark ähnlicher Weise auswirkt und die Optima bezogen auf den Variationsbereich bei hohem Pressdruck von über 140 MPa liegen.

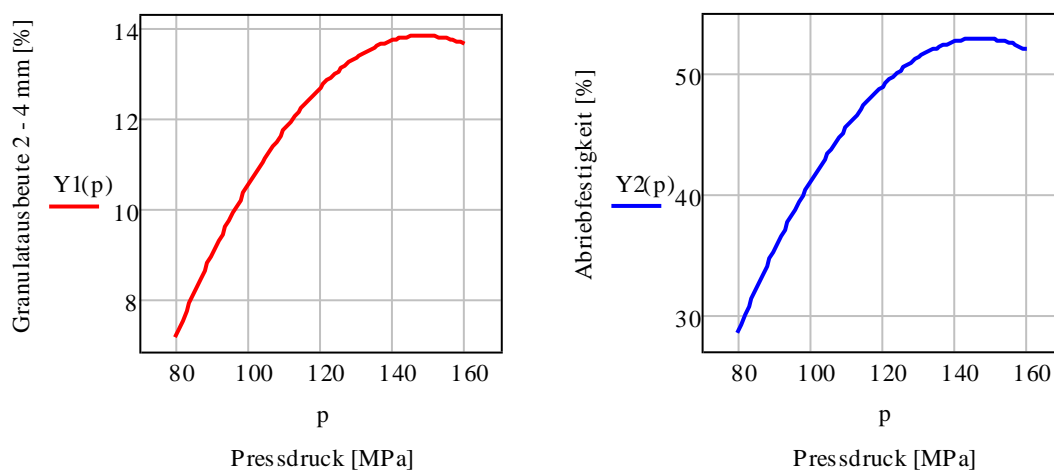


Abbildung 5-48 : Granulatausbeute 2 – 4 mm und Abriebfestigkeit in Abhängigkeit vom Pressdruck

Mit zunehmendem Pressdruck steigt die Presslingsfestigkeit an infolge Zunahme der molekularen Anziehungskräfte zwischen den Partikeln und Begünstigung der Ausbildung von Schmelzbrücken. Bei der Zerkleinerung von Presslingen in einem Prall- oder Hammerbrecher mit Austragssieb ist die dem aufgegebenen Gut zugeführte Zerkleinerungsenergie eine Reaktionsgröße resultierend aus den Zerkleinerungseigenschaften der Presslinge und deshalb bei gleicher Rotorumfangsgeschwindigkeit und Spaltweite des Austragssiebes nicht konstant, wenn sich die Presslingsfestigkeit ändert. Mit zunehmendem Pressdruck steigt die Festigkeit der Presslinge an, somit erhöht sich deren Zerkleinerungswiderstand. Gleichzeitig verlängert sich dadurch die Verweilzeit der Presslinge im Brecher. Damit ein Anstieg an Granulatausbeute erreicht wird,

muss die positive Differenz zwischen Zerkleinerungswiderstand und zugeführter Zerkleinerungsenergie anwachsen, so dass insgesamt gröberes Gut mit kleinerer Oberfläche entsteht. Da die Zunahme dieser Differenz mit steigendem Pressdruck offensichtlich vorliegt, kann folgendes geschlussfolgert werden: Die zunehmende Festigkeit der Presslinge übt einen stärkeren Einfluss auf das Zerkleinerungsprodukt aus als die längere Verweilzeit, die mit häufigerer Beanspruchung im Brecher verbunden ist.

Mit Hilfe von Tabelle 5-33 kann diese aus der Literatur bekannte Theorie gestützt werden. Die Veränderungen des Grob- und Feingutanteiles im Zerkleinerungsprodukt wurden qualitativ in gleicher Weise bereits bei der Betrachtung der Presstemperatur festgestellt. Im unteroptimalen Pressdruckbereich verringert sich der Feingutanteil stärker als der Grobgutanteil zunimmt, das zerkleinerte Gut wird also insgesamt gröber und die Granulatausbeute steigt. Im überoptimalen Pressdruckbereich nimmt die Feinkornbildung größere Ausmaße an als die Überkornverringern (siehe Tabelle 5-33: p-Wert von 160 MPa). Infolge dessen sinkt die Granulatausbeute wieder ab. Die Differenz zwischen Zerkleinerungswiderstand und zugeführter Zerkleinerungsenergie wird kleiner, weshalb zunehmend feineres Austragsgut entsteht.

Tabelle 5-33 : Veränderung des Über- und Unterkornanteiles in Abhängigkeit vom Pressdruck.

p [MPa]	80	90	100	110	120	130	140	150	160
$\psi_{>4}$ [%]	9,3	12,77	15,56	17,68	19,1	19,86	19,94	19,33	18,05
$\Delta\psi_{>4}$ [%]		3,47	2,79	2,12	1,42	0,76	0,08	-0,61	-1,3
$\psi_{<2}$ [%]	83,6	78,32	73,99	70,64	68,24	66,82	66,36	66,86	68,33
$\Delta\psi_{<2}$ [%]		-5,28	-4,33	-3,35	-2,4	-1,42	-0,46	0,5	1,5
ψ_{2-4} [%]	7,1	8,92	10,44	11,69	12,65	13,32	13,71	13,8	13,62

Die im überoptimalen Pressdruckbereich hergestellten Kalisalzpresslinge haben mehr Risse infolge elastischer Rückexpansion, so dass der Zerfall bis auf die rissfreien Presslingszonen schneller geht. Da aber die rissfreie Presslingssubstanz, aus der das Granulat letztlich entsteht, mit zunehmendem Pressdruck stetig an Festigkeit gewinnt, verweilt diese länger zwischen Rotor und Austragsrost des Brechers, so dass nicht nur mehr Feinkorn entsteht, sondern auch die schließlich das Rost passierenden Granulatkörner durch die verstärkte Beanspruchung in ihrer Struktur geschwächt werden.

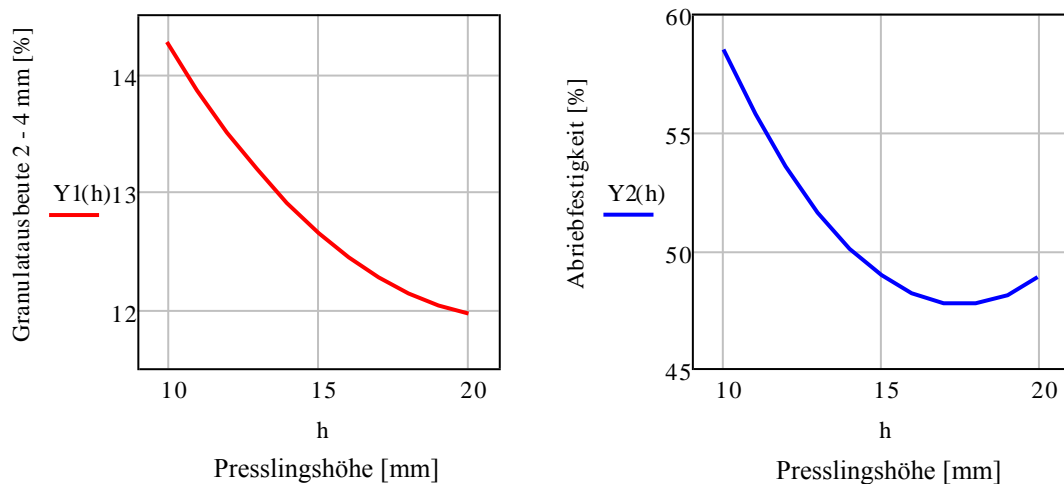


Abbildung 5-49 : Granulatausbeute 2 – 4 mm und Abriebfestigkeit in Abhängigkeit von der Presslingshöhe

Aus Abbildung 5-49 wird der fallende Grundtrend beider Zielgrößen in Abhängigkeit von der Presslingshöhe h (h_p) deutlich. Die Kurve für die Abriebfestigkeit hat ein deutlich ausgeprägtes Minimum innerhalb des Variationsbereiches.

Im Folgenden werden die plausiblen Ursachen genannt, weshalb dünnere Presslinge bei der Zerkleinerung vorteilhaft sind und somit die Zielgrößen positiv beeinflussen:

- Stärkere (dickere) Presslinge leisten bei gleicher Qualität des Presslingsgefüges einen größeren Widerstand gegen die Zerkleinerung und zerfallen deshalb langsamer auf die Austragskorngröße. Ein größerer Teil an überschüssiger Zerkleinerungsenergie trägt zur Feinkornbildung bei.
- Auf schwächere (dünnere) Presslinge können durch exzentrischen Stoß bei geringem Widerstandsmoment größere maximale Biegespannungen einwirken. Dies ist besonders für eine schnelle Vorzerkleinerung durch Prallbeanspruchung im oberen Brechraum des Hammerbrechers wichtig, was die selektive Zerkleinerungswirkung insgesamt verbessert und damit ein Granulat höherer Abriebfestigkeit hervorbringt. Bei stärkerer Presslingsdicke gelangt zunehmend schlecht vorgebrochenes grobes Material auf das Ausstragssieb und wird dort vorwiegend durch Reibung zerkleinert. Auch weniger feste Bestandteile werden zu Zielkorn gebrochen, die Abriebfestigkeit sinkt.
- Stärkere Presslinge besitzen ein höheres Gewicht und damit eine größere kinetische Energie bei gleicher Relativgeschwindigkeit zu den Schlagwerkzeugen. Es treten intensivere Stöße mit verstärkter Feinkornbildung auf.

- Mit zunehmender Presslingshöhe steigen die Reibungsverluste zwischen Pressgut und Pressformwand sowie im Inneren des Pressgutes. Höhere Energieverluste beim Kompaktieren bedingen eine ungleichmäßigere Festigkeitsverteilung im Pressling. Durch weniger feste Gefügezonen in den Presslingen erhöht sich die Produktion an Feinkorn bei der Zerkleinerung.

Tabelle 5-34 zeigt die Veränderungen des Über- und Unterkornanteiles im gebrochenen Gut, wenn die Presslingshöhe ansteigt. Der Feingutanteil steigt, der Überkornanteil fällt und die Granulatausbeute sinkt. Bei genauerer Betrachtung erkennt man, dass mit zunehmender Presslingshöhe die Zunahme an Feingut zwar größer ist als die Abnahme an Grobgut, jedoch die Feingutzunahme schneller kleiner wird als die Grobgutabnahme. Dies erklärt den mit der Presslingshöhe zunehmend abflachenden Kurvenverlauf der Granulatausbeute 2-4 mm. Überstiege die Abnahme an Überkorn die Zunahme an Unterkorn absolut gesehen, so würde die Granulatausbeute nach Durchschreiten eines Minimums wieder größer (im betrachteten Fall trifft das nicht zu).

Tabelle 5-34 : Veränderung des Über- und Unterkornanteiles bei steigender Presslingshöhe

h (h_p) [mm]	10	12,5	15	17,5	20
$\psi_{>4}$ [%]	22,07	20,49	19,1	17,9	16,96
$\Delta\psi_{>4}$ [%]		-1,58	-1,39	-1,2	-0,94
$\psi_{<2}$ [%]	63,67	66,17	68,24	69,88	71,08
$\Delta\psi_{<2}$ [%]		2,5	2,07	1,64	1,2
ψ_{2-4} [%]	14,26	13,4	12,65	12,19	11,96

Für die Abriebfestigkeit ergibt sich ein steilerer Verlauf der Kurve, das heißt ein Minimum bildet sich im Vergleich zur Granulatausbeute schon bei kleineren h [h_p]-Werten aus. Hauptursache hierfür ist sicherlich die stark nachlassende selektive Zerkleinerungswirkung durch den größeren Zerkleinerungswiderstand dickerer Presslinge. Der Festigkeitsanstieg nach Passieren des Minimums könnte mit Durchpressungsverlusten zusammenhängen, die zu einem insgesamt schnelleren Zerfall der Presslinge führen.

Kombinierte Betrachtung von Presstemperatur, Pressdruck und Presslingshöhe

Es wurde folgende Darstellungsvariante für die Zielgröße Ψ_{2-4} ausgewählt: Pressdruck p auf der Abszissenachse des Koordinatensystems, Presstemperatur ϑ [ϑ_p] als Parameter im Diagramm und Presslingshöhe h [h_p] als feststehender Parameter je Diagramm. Die Zerkleinerungsbedingungen sind konstant (v [v_{um}] = 17,5 m/s und s [s_R] = 10 mm, jeweils 0-Niveau). In einem Diagramm werden vier Kurven gezeigt, die sich aus gleichen Wertabständen zwischen oberer und

unterer Variationsbereichsgrenze des Parameters ergeben. Der feststehende Parameter je Diagramm wird auf der unteren Variationsbereichsgrenze, dem mittleren Variationsbereichswert und der oberen Variationsbereichsgrenze gesetzt. Da sich für die Kurvenverläufe der Abriebfestigkeit qualitativ ähnliche Zusammenhänge ergeben und die Kurvenverläufe weitestgehend auf gleiche Ursachen zurückzuführen sind, wird aus Übersichtsgründen zunächst nur die Granulatausbeute 2-4 mm dargestellt. Der gewählten dreifaktoriellen Darstellungsvariante werden anschließend Diagramme für Ψ_{2-4} und $R_{0,5}$, in denen jeweils nur zwei Faktoren variiert werden, hinzugefügt, um den Zusammenhang in Abhängigkeit von der Presslingshöhe näher zu beleuchten.

In den Abbildungen (Abbildung 5-50 bis Abbildung 5-52) wird deutlich, dass höhere Presstemperaturen höhere Pressdrücke erlauben, bevor ein negativer Effekt auf die Granulatausbeute Ψ_{2-4} einsetzt. Das Pressdruckoptimum verschiebt sich zu größeren Werten. Zugleich zeigt sich in der Staffelung der Kurven der gegenläufige Einfluss der Presstemperatur.

Betrachtet man Abbildung 5-50 und Abbildung 5-51, so ist ersichtlich, dass das insgesamt erreichbare Niveau an Granulatausbeute mit größerer Presslingshöhe sinkt.

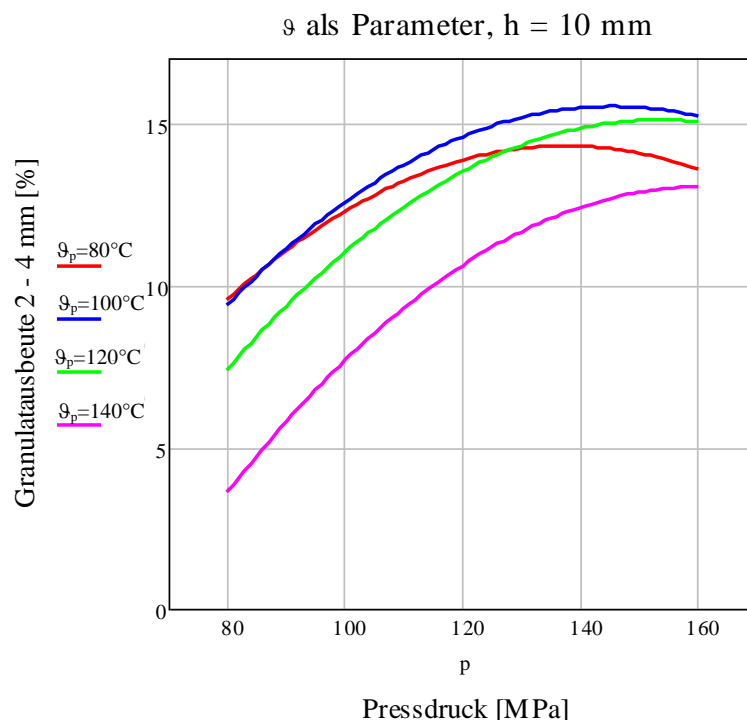


Abbildung 5-50 : Granulatausbeute 2-4 mm über Pressdruck p , Presstemperatur ϑ [ϑ_p] als Parameter, Presslingshöhe h [h_p] = 10 mm

Man sieht auch, dass in der Abbildung für die Presslingshöhe von 15 mm die Kurve für maximale Granulatausbeute bei einer höheren Temperatur von 120 °C liegt. In Abbildung 5-52 für die

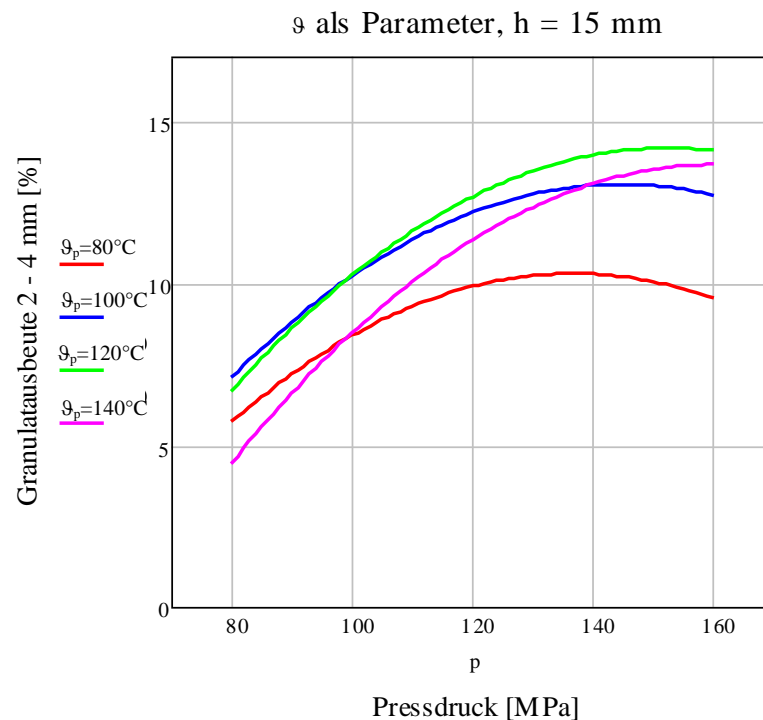


Abbildung 5-51 : Granulatausbeute 2–4 mm über Pressdruck p , Presstemperatur ϑ [ϑ_p] als Parameter, Presslingshöhe h [h_p] = 15 mm

größte Presslingshöhe wird deutlich, dass sich die Kurve der maximalen Granulatausbeute nun bei 140 °C befindet und für diese Temperatur sogar eine höhere Granulatausbeute erreicht werden kann als bei der Presslingshöhe von 15 mm. Um diesen unerwarteten Trend näher zu untersuchen, wird die Granulatausbeute 2-4 mm in Abhängigkeit von der Presslingshöhe h [h_p] mit der Presstemperatur ϑ [ϑ_p] als Kurvenparameter in Abbildung 5-53 dargestellt. Es existiert eine Umkehr des Grundtrends im Vergleich zur Abbildung 5-49 ab einer Temperatur von circa 120 °C. Man kann schlussfolgern, dass die negative Auswirkung einer größeren Presslingshöhe auf die Granulatausbeute durch höhere Presstemperaturen zum Teil kompensiert werden kann.

Eine steigende Granulatausbeute bei größer werdender Presslingshöhe kann folgendermaßen erklärt werden: Dickere Presslinge kühlen vor allem im inneren Bereich langsamer ab als dünnere Presslinge. Dadurch treten bei ihnen größere Schrumpfungsspannungen und mehr Abkühlungsrisse auf. Das begünstigt den Zerfall der Presslinge auf Granulat Korngröße und das Granulat kann den Zerkleinerungsraum schneller verlassen mit positiven Konsequenzen für die Granulatausbeute.

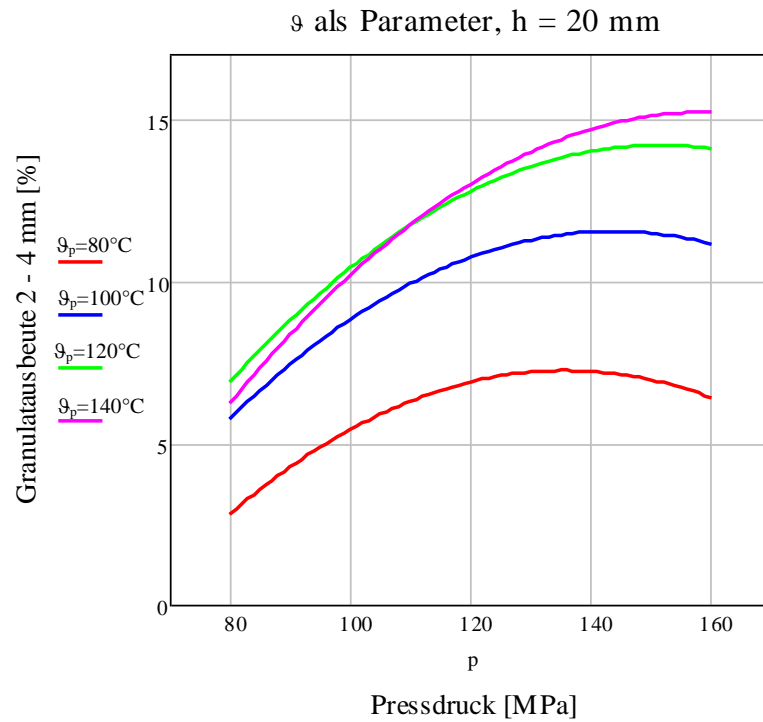


Abbildung 5-52 : Granulatausbeute 2-4 mm über Pressdruck p , Presstemperatur ϑ [ϑ_p] als Parameter, Presslingshöhe h [h_p] = 20 mm

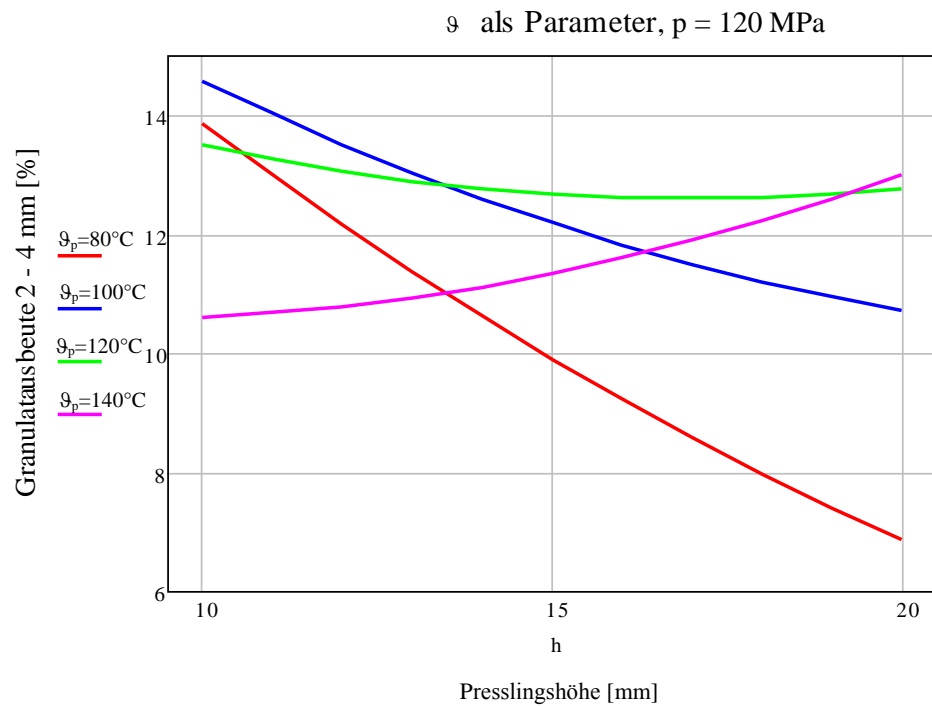


Abbildung 5-53 : Granulatausbeute 2-4 mm über Presslingshöhe h [h_p], Presstemperatur ϑ [ϑ_p] als Parameter

In Abbildung 5-54 ist die Abriebfestigkeit in Abhängigkeit von der Presslingshöhe h [h_p] mit der Presstemperatur ϑ [ϑ_p] als Kurvenparameter dargestellt. Es ergeben sich qualitativ ähnliche Abhängigkeiten im Vergleich zur Granulatausbeute. Das heißt, negative Wirkungen von p , ϑ_p und

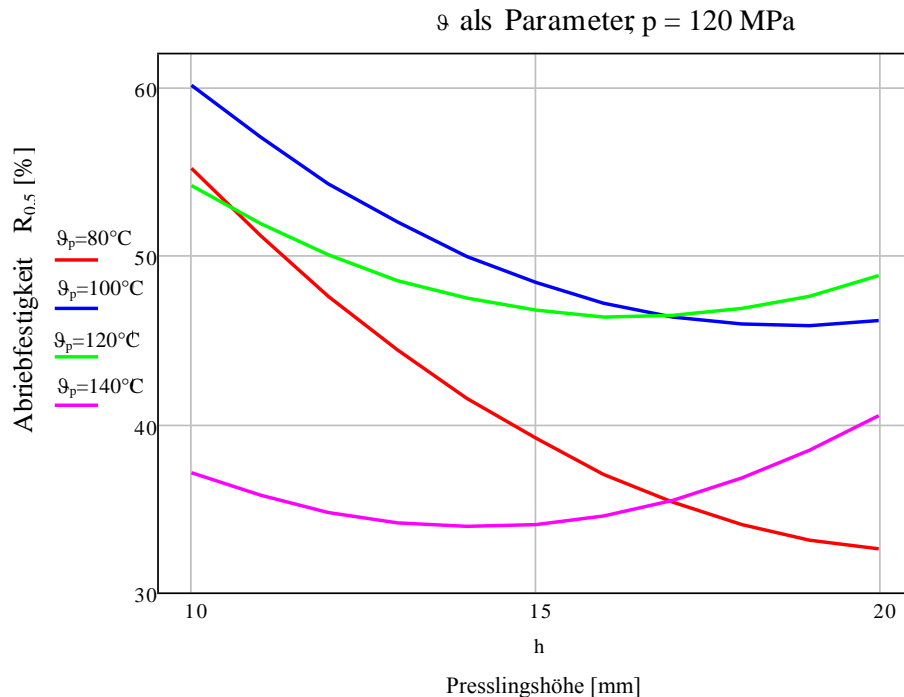


Abbildung 5-54 : Abriebfestigkeit über Presslingshöhe h [h_p], Presstemperatur ϑ [ϑ_p] als Parameter

h_p auf die Granulatausbeute sind auch bezüglich der Granulatfestigkeit $R_{0,5}$ in der Regel negativ. Und es gilt auch für die Granulatfestigkeit, dass eine Kompensation des schädlichen Einflusses der Presslingshöhe durch hohe Presstemperaturen nicht sinnvoll ist, weil die Zielgrößenwerte weit unter dem erreichbaren globalen Maximum liegen.

Rechnerische Optimierung der Einflussgrößen

Zur Ermittlung der Maximalwerte für eine quadratische beziehungsweise nichtlineare Funktion mit mehreren unabhängigen Parametern existieren verschiedene rechnerische Möglichkeiten, von denen zwei kurz erläutert und bewertet werden sollen.

Eine Methode wäre die Bildung von k partiellen Ableitungen nach allen Faktoren der Zielfunktion. Durch Gleichsetzen der Ableitungen mit Null entsteht ein lineares Gleichungssystem, was einfach gelöst werden kann. Die Lösungen sind jedoch oft nicht relevant, da das Optimum unabhängig vom Variationsbereich der Einflussgrößen bestimmt wird und somit auch negative Einflussgrößenwerte oder Werte außerhalb des Variationsbereiches der Faktoren als optimal berechnet werden. Wie bereits bei der grafischen Diskussion deutlich wurde, kann das globale Optimum eines bestimmten Faktors aus der Modellgleichung außerhalb des Variationsbereiches des

Faktors liegen. Aus diesem Grund ist diese Methode zur Modelloptimierung nicht verwendungsfähig.

Die genaueste und schnellste rechnerische Methode ist eine mathematische Optimierung der Zielfunktion mit dem Programm Mathcad. Über die Funktionen „Maximize“ und „Minimize“ lassen sich unter Vorgabe von Startwerten die Extremwerte einer Modellfunktion für die im Programm anzugebenden Variationsbereiche der Faktoren berechnen.

Maximale Zielgrößenwerte bei optimalen Parameterkonstellationen

In Tabelle 5-35 sind die maximalen Zielgrößenwerte bei getrennter Optimierung zusammengestellt. Für die Granulatausbeuten 2-4 mm und 1-4 mm ergeben sich nahezu gleiche Faktorausprägungen. Es bestehen lediglich geringfügige Unterschiede in der Presstemperatur und dem Pressdruck.

Für alle Zielfunktionen befindet sich die optimale Temperatur nahe 100°C und damit deutlich unter der mittleren Temperatur von 120 °C im Variationsbereich.

Der optimale Pressdruck von 151 MPa für die Abriebfestigkeit $R_{0,5}$ liegt nahe der oberen Variationsbereichsgrenze von 160 MPa. Die Presstemperatur und der Pressdruck für maximale Abriebfestigkeit $R_{0,5}$ sind nur 10 °C beziehungsweise 10 MPa größer als für maximale Granulatausbeute Ψ_{2-4} . Die optimale Presslingshöhe liegt für alle Zielgrößen konstant bei 10 mm. Das heißt, dass die optimalen Konstellationen der Parameter ϑ_p [°], p [p] und h_p [h] für die Zielgrößen Granulatausbeute und Granulatfestigkeit quasi identisch sind. Das ist nicht so bezüglich der Spaltweite des Austragsrostes und der Rotorumfangsgeschwindigkeit. Hier liegen die optimalen Wertenkombinationen der Einflüsse für Ψ_{2-4} , Ψ_{1-4} bzw. $R_{0,5}$ jeweils an den entgegengesetzten Enden des Faktorraums.

Offensichtlich begünstigt die schonende Zerkleinerung bei niedriger Rotorumfangsgeschwindigkeit die Bildung von Granulatkörnern, die aber weniger fest sind, weil die Selektivität des Zerkleinerungsprozesses unterdrückt wird. Um die selektive Zerkleinerung zugunsten der Granulatfestigkeit zu steigern, müssen die Prallereignisse im Hammerbrecher intensiver sein, was nur über eine Steigerung von v_{um} [v] zu erreichen ist. Damit aber dabei nicht durch eine zu lange Verweilzeit im Mahlraum auch die festesten Granulatkörner in ihrer mechanischen Stabilität geschwächt werden, ist gleichzeitig die Rostspaltweite zu erhöhen.

Mit dem Komplexmodell können Optimierungsstrategien verfolgt werden. Wenn das Kalisalzgranulat ohne Nachbehandlung zur Absicherung der Festigkeit marktfähig sein soll, muss das Verfahrenssystem nach der Zielgröße $R_{0,5}$ optimiert werden. Nach den Ergebnissen erreicht das

Granulat 2-4 mm aus Sylvin Rot (USA) eine maximale Abriebfestigkeit $R_{0,5}$ von ca. 76%, welche knapp unter der üblichen Anforderung von 80% liegt. Wäre diese Granulatqualität akzeptierbar, dann läge die unter der betreffenden Parameterkonstellation erreichte Gesamtgranulatausbeute Ψ_{2-4} unter Berücksichtigung der Nachzerkleinerung des Überkorns bei ca. 19%, was ebenfalls knapp unter der Wirtschaftlichkeitsanforderung von 20 % für eine Granulieranlage liegt.

Wenn die erreichte Bestqualität des Granulats von $R_{0,5} = 76 \%$ nicht ausreicht, um die Marktanforderungen zu erfüllen, dann sollte nach der Zielgröße Ψ_{2-4} , oder Ψ_{1-4} optimiert werden. Es muss aber dann gesichert sein, dass durch Nachbehandlung des Granulates dessen Festigkeit in jedem Fall auf das erforderliche Niveau angehoben werden kann. Die unter diesem Optimierungsszenario erreichbaren Granulatausbeuten würden die Wirtschaftlichkeitsanforderungen an die Granulieranlage schon dann erfüllen, wenn die Überkornzerkleinerung noch gar nicht berücksichtigt ist.

Tabelle 5-35 : Maximale Zielgrößenwerte bei getrennter Optimierung

	Maximierung der Granulatausbeute 2-4mm	Maximierung der Abriebfestigkeit	Maximierung der Granulatausbeute 1 – 4 mm
Presstemperatur [°C]	98	107	100
Pressdruck [MPa]	140	151	138
Presslingshöhe [mm]	10	10	10
Rotorumfangs-geschwindigkeit [m/s]	10	25	10
Spaltweite Austragsrost [mm]	7	13	7
Abriebfestigkeit $R_{0,5}$ [%]	48,25	75,66	48,29
Überkornanteil $\psi_{>4}$ [%]	24,02	25,05	24,06
Granulatausbeute 2-4 mm ψ_{2-4} [%]	20,03	14,66	20,01
Granulatausbeute 1-4 mm ψ_{1-4} [%]	28,07	21,74	28,1
Unterkornanteil $\psi_{<2} = 1 - \psi_{>4} - \psi_{2-4}$ [%]	55,95	60,29	55,93
Unterkornanteil $\psi_{<1} = 1 - \psi_{>4} - \psi_{1-4}$ [%]	47,91	53,21	47,84

Wechselseitiger Einfluss von Rotorumfangsgeschwindigkeit und Spaltweite des Austragssiebes auf die Zielgrößen

Folgende Diskussion soll dazu dienen, den wechselseitigen Einfluss der Rotorumfangsgeschwindigkeit v [v_{um}] und der Spaltweite des Austragssiebes s [s_R] auf die Zielfunktionen Granulatausbeute 2-4 mm und Abriebfestigkeit $R_{0,5}$ genauer zu erklären. Bei den angestellten Betrachtungen wurden die Faktoren Presstemperatur, -druck und Presslingshöhe auf das abriebfestigkeitsoptimale Niveau gesetzt (ϑ [ϑ_p] = 107 °C, p = 151 MPa, h [h_p] = 10 mm), wobei die qualitativen Aussagen auch für das 0-Niveau der drei Faktoren gelten. Es werden nur Darstellungen für die Granulatausbeute 2-4 mm gezeigt, da sich für die Granulatausbeute 1-4 mm qualitativ gleiche Kurvenverläufe ergeben, so dass die getroffenen Aussagen für beide Granulatausbeuten gültig sind.

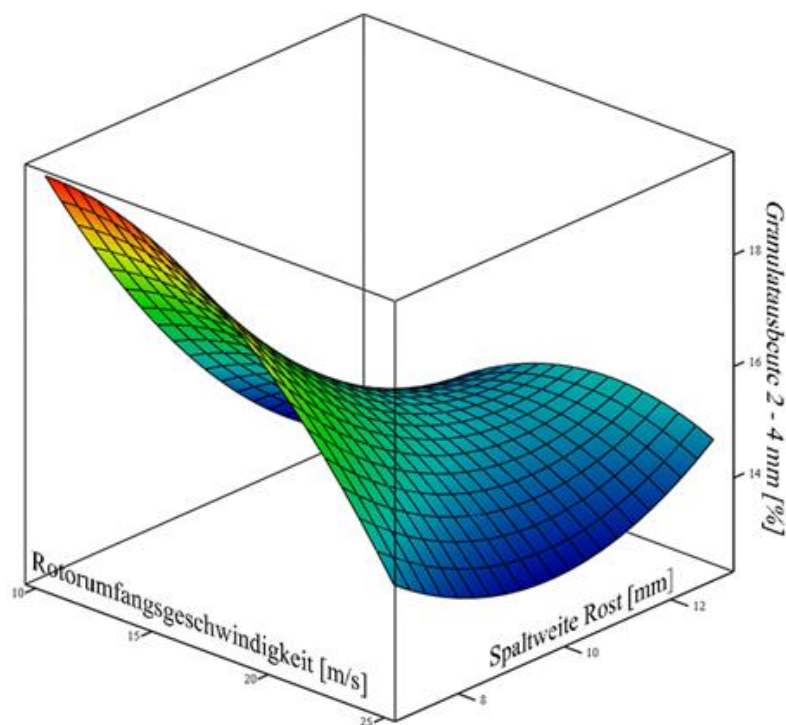


Abbildung 5-55 : Granulatausbeute 2-4 mm in Abhängigkeit von Rotorumfangsgeschwindigkeit v [v_{um}] und Spaltweite des Austragssiebes s [s_R]

In Abbildung 5-55 und Abbildung 5-56 sind die Antwortflächen der Zielfunktionen in Abhängigkeit von der Rotorumfangsgeschwindigkeit und der Spaltweite des Austragssiebes dargestellt.

Daraus werden zunächst die entgegengesetzten Optimalpunkte der Zielfunktionen deutlich. Die Antwortfläche für die Granulatausbeute 2-4 mm ähnelt einer unregelmäßig geformten Sattelfläche. Betrachtet man Ψ_{2-4} in Abhängigkeit von v [v_{um}], bilden sich bei mittleren und größeren Spaltweiten Kurvenmaxima aus. Das globale Maximum liegt aber im Koordinatenwürfel links

oben, vorn. Ist s_R die Variable, dann existieren Kurvenminima bei mittleren und hohen Rotorumfangsgeschwindigkeiten.

Die Antwortfläche für die Abriebfestigkeit ist relativ gleichmäßig ausgebildet. Es existiert jedoch eine zunehmende Biegung der Fläche in Richtung großer v [v_{um}]- und kleiner s [s_R]-Werte. Es wird auch in Abbildung 5-56 ersichtlich, dass die Rotorumfangsgeschwindigkeit größeren

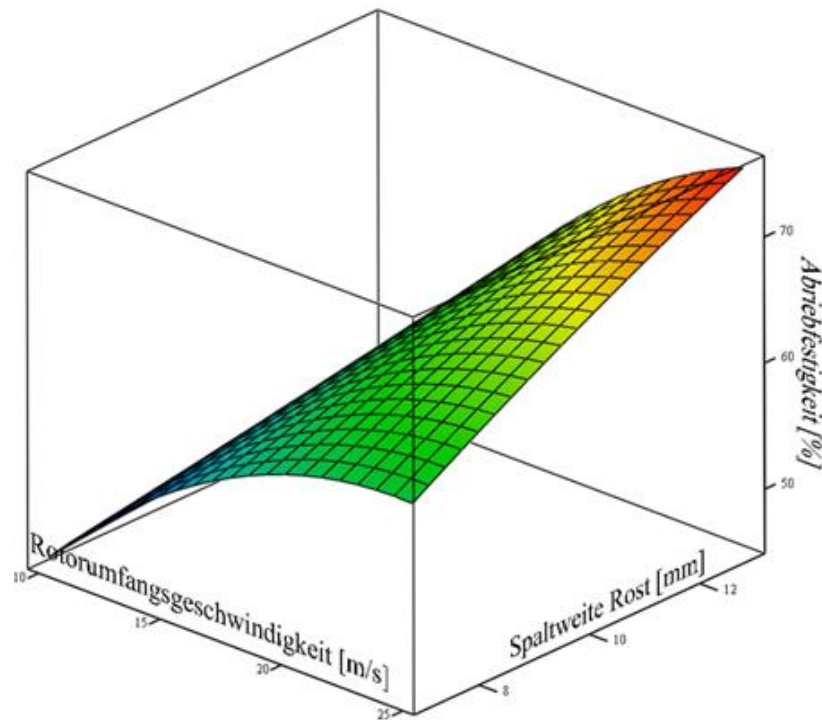


Abbildung 5-56 : Abriebfestigkeit in Abhängigkeit von Rotorumfangsgeschwindigkeit v [v_{um}] und Spaltweite des Austragssiebes s [s_R]

Einfluss besitzt als die Spaltweite des Austragssiebes. Für die Granulatausbeute 2-4 mm ist der Einfluss der Rotorumfangsgeschwindigkeit auf den Kurvenverlauf hingegen stärker von der Rostspaltweite abhängig. Anhand beider Diagramme wird schließlich auch deutlich, dass es nicht möglich ist, einen angemessenen Kompromiss für die Faktoren v [v_{um}] und s [s_R] zu finden, um beide Zielgrößen auf einem hohen Niveau zu halten.

Zur genaueren Analyse des Modells hinsichtlich des Einflusses von v_{um} und s_R werden die Antwortflächen im Folgenden in Einzeldiagramme mit Kurvenscharen „zerlegt“.

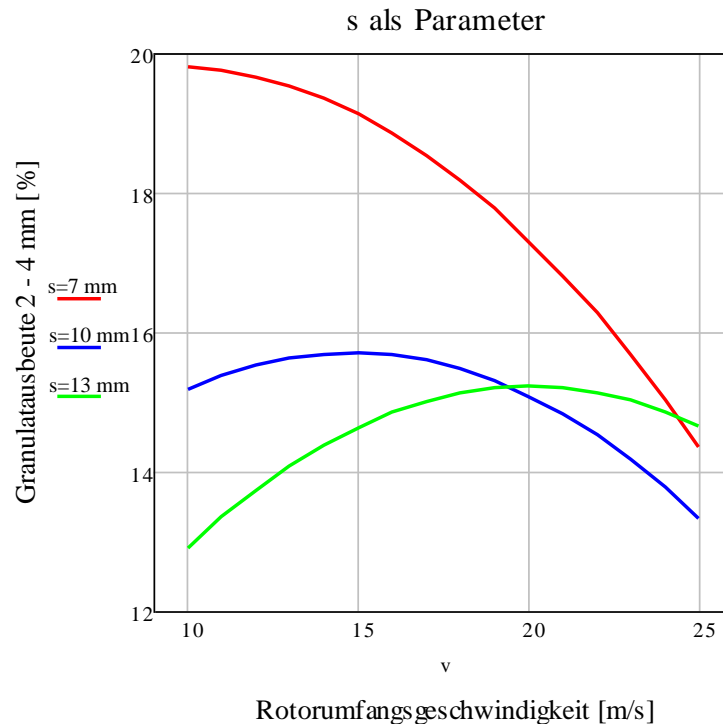


Abbildung 5-57 : Granulatausbeute 2-4 mm über Rotorumfangsgeschwindigkeit v [v_{um}], Spaltweite des Austragssiebes s [s_R] als Parameter

Die Abbildung 5-57 zeigt die Granulatausbeute 2-4 mm in Abhängigkeit von der Rotorumfangsgeschwindigkeit, die Spaltweite des Austragssiebes wird als Parameter variiert. Im Diagramm bilden sich für s [s_R] = 10 mm und s [s_R] = 13 mm Maxima innerhalb des Variationsbereiches von v [v_{um}] aus. Bis zu einer bestimmten Rotorumfangsgeschwindigkeit steigt die Granulatausbeute an, da weniger Grobkorn zugunsten der Granulatbildung in das Zerkleinerungsprodukt gelangt. Erfolgt jedoch die Zerkleinerung zu intensiv mit überoptimaler Umfangsgeschwindigkeit, wird zu viel Feinkorn < 2 mm gebildet. Mit zunehmender Spaltweite des Austragsrostes sinken die Maxima und verschieben sich nach rechts. Bei zu großen s [s_R]-Werten verlässt das Gut zu schnell den Brechraum des Hammerbrechers, die geleistete Zerkleinerungsarbeit sinkt und der Überkornanteil steigt. Durch Erhöhen von v_{um} kann diesem Trend nur begrenzt entgegengewirkt werden.

Die Abbildung 5-58 beschreibt die Granulatausbeute 2-4 mm in Abhängigkeit von der Spaltweite des Austragssiebes mit der Rotorumfangsgeschwindigkeit als Parameter. Der sinkenden Granulatausbeute bei steigendem s [s_R] und konstantem v [v_{um}] liegt die bereits genannte Zunahme des Überkornanteils im gebrochenen Gut zu Grunde. Die Ψ_{2-4-s_R} -Kurven durchlaufen bei mittleren und höheren Rotorumfangsgeschwindigkeiten ein Minimum, weil bei überoptimaler Spaltweite der Feinkornanteil stärker sinkt als das Überkorn ansteigt. Die in Tabelle 5-36 angegebenen Über- und Unterkornanteile in Abhängigkeit von der Spaltweite des Austragsrostes für die im

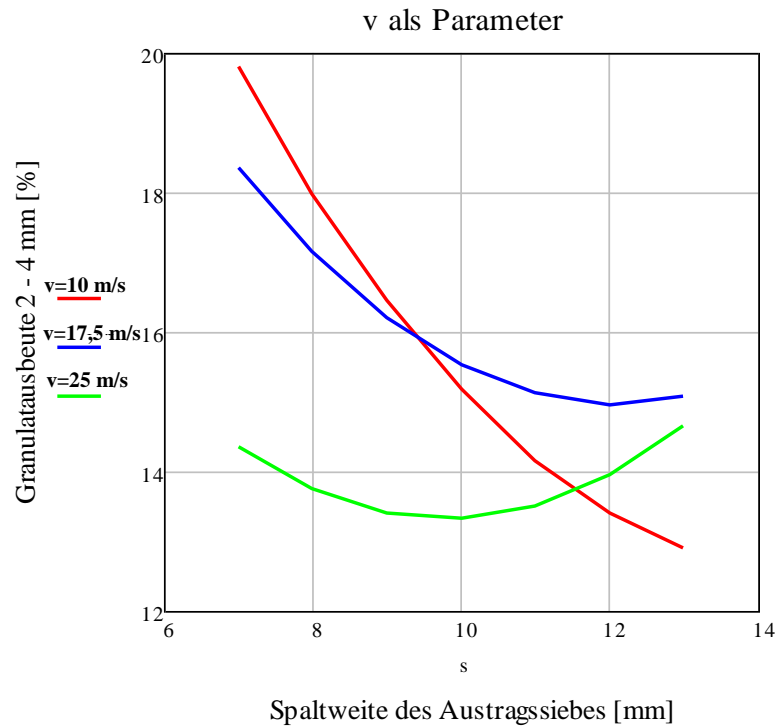


Abbildung 5-58 : Granulatausbeute 2-4 mm über Spaltweite des Austragssiebes s [s_R], Rotorumfangsgeschwindigkeit v [v_{um}] als Parameter

Variationsbereich größte Rotorumfangsgeschwindigkeit von 25 m/s bestätigen den Sachverhalt. Mit abnehmender Rotorumfangsgeschwindigkeit verschieben sich die Kurvenminima nach rechts in Richtung größerer Spaltweiten (siehe Abbildung 5-58).

Tabelle 5-36 : Veränderung des Über- und Unterkornanteiles in Abhängigkeit von der Spaltweite des Brecherrostes s [s_R] (v [v_{um}] = 25 m/s)

$s[s_R]$ [mm]	7	8	9	10	11	12	13
$\psi_{>4}$ [%]	9,3	11,28	13,53	16,04	18,8	21,8	25,05
$\Delta\psi_{>4}$ [%]		1,975	2,255	2,51	2,76	3	3,25
$\psi_{<2}$ [%]	76,4	74,98	73,06	70,64	67,7	64,25	60,29
$\Delta\psi_{<2}$ [%]		-1,42	-1,92	-2,42	-2,94	-3,45	-3,96
ψ_{2-4} [%]	14,3	13,75	13,41	13,32	13,5	13,95	14,66

In Abbildung 5-59 ist die Abriebfestigkeit über der Rotorumfangsgeschwindigkeit mit der Spaltweite des Austragssiebes als Parameter dargestellt. Die Abriebfestigkeit steigt mit größerem v [v_{um}] an wegen zunehmender selektiver Zerkleinerungswirkung der Prallbeanspruchung in dem Hammerbrecher. Nicht ausreichend verfestigtes Material wird zu Feinkorn zerschlagen, nur die festesten Presslingszonen gelangen in das Granulat. Der Kurvenlauf ist degressiv mit Andeutung von Maxima bei hohem v_{um} . Ursache hierfür ist, dass mit größerer Zerkleinerungswirkung auch

die festeste Presslingssubstanz Stabilitätsverluste erleidet. Dieser Trenderklärung liegt zu Grunde, dass immer unterschiedlich feste Körner in das Zielgranulat gelangen. Der im Abriebtest ermittelte Abriebfestigkeitswert eines Granulates kann als Mittelwert aus den Abriebfestigkeiten der einzelnen Körner betrachtet werden, da sich die Körner in der Testkornbandbreite nicht nur in ihrer Abmessung und Kornform, sondern auch in ihrer inneren Festigkeit unterscheiden. Als einfache Modellvorstellung können die Granulatkörner in feste, mittelfeste und schwache Körner eingeteilt werden. Nimmt man an, dass der Durchschnittswert der Festigkeit für mittelfeste Kör-

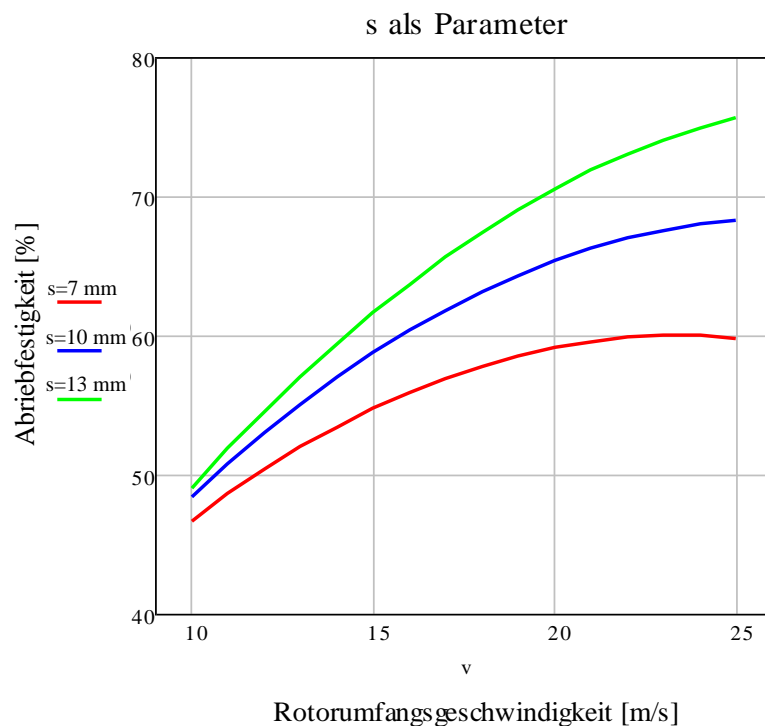


Abbildung 5-59 : Abriebfestigkeit über Rotorumfangsgeschwindigkeit v [v_{um}], Spaltweite des Austragssiebes s [s_R] als Parameter

ner konstant bleibt, so beeinflussen die Anteile der schwachen und festen Körner den Abriebfestigkeitswert des Granulates im Gesamtdurchschnitt.

Abbildung 5-60 verdeutlicht den Werteverlauf der Abriebfestigkeit $R_{0,5}$ in Abhängigkeit von der Spaltweite des Austragsrostes mit der Rotorumfangsgeschwindigkeit als Parameter. Die Abriebfestigkeit steigt mit zunehmender Rostspaltweite an, wobei der Anstieg umso höher ausfällt, je höher v_{um} ist. Der Kurvenanstieg begründet sich auf einer durchschnittlich abnehmenden Schwächung der inneren Bindung in den Granulatkörnern infolge Abnahme der Anzahl an Beanspruchungsereignissen, weil die Granulatkörner den Zerkleinerungsraum eher verlassen können. Die Kurvenstaffelung hängt mit dem bereits erklärten Einfluss der Rotorumfangsgeschwindigkeit auf die selektive Zerkleinerungswirkung zusammen.

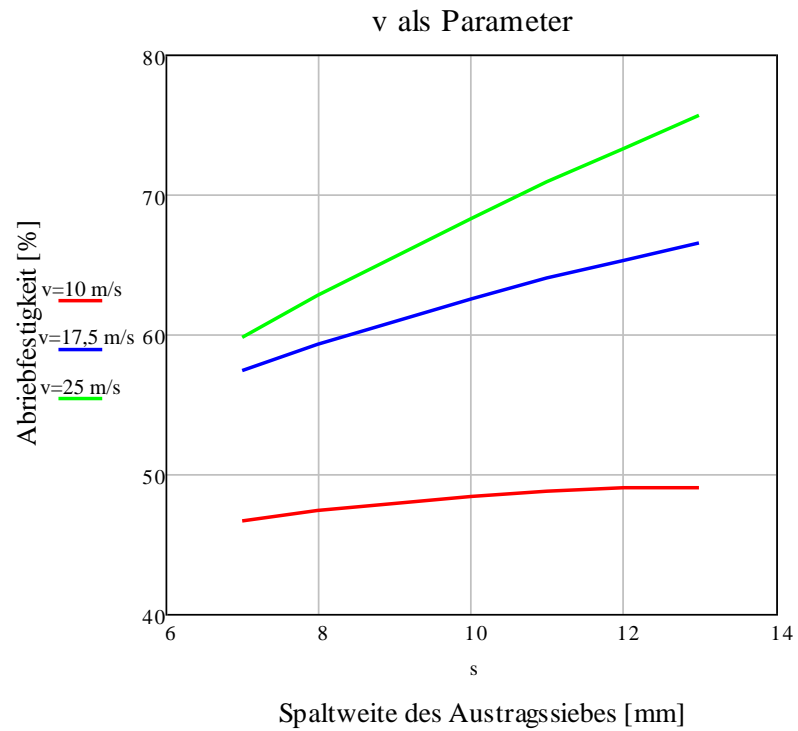


Abbildung 5-60 : Abriebfestigkeit über Spaltweite des Austragssiebes s [s_R], Rotorumfangsgeschwindigkeit v [v_{um}] als Parameter

5.6.4 ZUSAMMENFASSENDE BEWERTUNG

Die Modellierung des Kompaktier-/Zerkleinerungs-Verfahrens zur Granulatherstellung auf Basis statistischer Versuchsplanung ist für das Problemsalz Sylvin Rot (USA) gut gelungen. Die Eignung der Versuchstechnik unter den Regeln der Versuchsplanung wird erneut bestätigt. Trotz hoher Zahl an Einflussgrößen von insgesamt fünf sind die erreichten Modellgüten zufriedenstellend bis sehr gut. Die Brauchbarkeit der Modelle für die Optimierung des Kompaktier-/Zerkleinerungs-Verfahrens ist damit nachgewiesen.

Die Modellierung zeigt, dass für die Optimierung der Zielgrößen Granulatausbeute und Granulatfestigkeit sowohl die Parameter des Kompaktierprozesses als auch die Parameter des Zerkleinerungsprozesses berücksichtigt werden müssen. Feste Presslinge sind notwendig, um festes Granulat herzustellen. Aber alle Anstrengungen zur Sicherung der Presslingsfestigkeit können durch eine falsche Brechereinstellung wieder zunichte gemacht werden.

Die Modelle erlauben die Untersuchung der Wirkung folgender Einflussgrößen auf die Zielgrößen Granulatausbeute und Granulatfestigkeit:

Kompaktierprozess

- Pressdruck p [p],
- Presstemperatur ϑ_p [°],
- Presslingshöhe h_p [h],

Zerkleinerungsprozess

- Rotorumfangsgeschwindigkeit v_{um} [v],
- Spaltweite des Brecherrostes s_R [s].

Die höchste Granulatausbeute wird dann realisiert, wenn bei hoher Presslingsfestigkeit die Zerkleinerung im Brechraum des Brechers schnell geht, d. h. wenn die geforderte Granulatgröße mit so wenig wie möglich Beanspruchungsereignissen erreicht wird, und dann noch eine hohe Wahrscheinlichkeit für den schnellen Durchgang des fertigen Granulates durch den Austragsrost besteht.

Alle Wirkungen der Einflussgrößen in diese Richtung begünstigen die Granulatausbeute. Die Einflüsse erweisen sich als vielschichtig und komplex, so dass in den Zielgrößenabhängigkeiten sowohl ansteigende als auch fallende Trends oder Trends mit Maximum- oder Minimausbil-

dung zu finden sind. Die Optimierung eines solchen Systems kann nur auf Basis eines Komplexmodells wie vorgelegt gelingen unter Zuhilfenahme geeigneter mathematischer Werkzeuge.

Es ist eine separate Optimierung sowohl nach der Granulatausbeute als auch nach der Granulatfestigkeit möglich. Die Optimierung nach der Granulatfestigkeit zeigt, dass trotz mechanischer Aktivierung des Sylvins Rot (USA) das daraus hergestellte, beste Granulat die Festigkeitsanforderungen noch nicht ganz erfüllt. Der $R_{0,5}$ -Wert liegt noch ca. 5 % unter der Norm. Das heißt, die Optimierung nach der Granulatausbeute ist sinnvoller unter der Maßgabe, dass durch eine Granulatnachbehandlung die Granulatfestigkeit in jedem Fall gesichert werden kann. Die erzielbaren Granulatausbeuten für das mechanisch aktivierte Salz Sylvin Rot (USA) lassen hoffen, dass trotz Anlagenmehraufwand für die Granulatnachbehandlung die Wirtschaftlichkeit der Granulieranlage gewährleistet werden kann.

6 VERFAHRESENTWICKLUNG DER GRANULAT-NACHBEHANDLUNG FÜR SYLVIN ROT (USA)

Für die Qualitätsverbesserung des mit dem Kompaktier-/Zerkleinerungsverfahren hergestellten Kaligranulates muss in der Regel noch eine Granulatnachbehandlung erfolgen. Nach bekanntem Verfahren für die Kaligranulatnachbehandlung werden die aus unregelmäßig geformten Partikeln bestehenden Granulatkörner zunächst in einer Abriebtrommel umgewälzt, um die vorhandenen scharfen Kanten der Körner abzuschleifen. Danach wird eine Siebklassierung mit einer Eindecksiebmaschine durchgeführt, um den Abrieb als Siebdurchgang abzutrennen. Der Abrieb kann in den Kompaktierprozess zurückgeführt werden. Damit steht ein Granulat zur Verfügung, dessen Korngrößenverteilung durch eine untere und obere Korngröße begrenzt ist, z. B. 2 mm und 4 mm, und dessen Körner eine bestimmte Abriebfestigkeit aufweisen [53]. Für das mit dem Kompaktier-/Zerkleinerungsverfahren aus Sylvin Rot (USA) hergestellte Granulat führte das Granulatumwälzen in der Trommel zur Zerstörung der Granulatkörner. Deshalb wurde untersucht, ob für eine nachhaltige Qualitätsverbesserung der Prozess des Granulatumwälzens mit einer Granulatbefeuchtung und nachfolgenden Granulattrocknung gekoppelt werden kann.

Das eingespritzte Wasser wird wegen der hohen Hygroskopizität des Salzes Sylvin Rot (USA) von den Oberflächen der Granulatkörner aufgenommen. Theoretisch führt das zur Ausfüllung der Mikrorisse der Granulatkörner mit der entstandenen Salzlösung, die sich bei der weiterführenden Granulattrocknung zu festen Kristallen umwandelt. Damit findet ein „Ausheilen“ der Mikrorisse statt mit einer entsprechenden Erhöhung der Granulatfestigkeit. Um das Ausfüllen der Risse für die Kristallisation abzusichern, sollte zur Granulatbefeuchtung eine wässrige Salzlösung mit der höchst möglichen KCl-Konzentration verwendet werden. Der Löslichkeitswert für KCl in H₂O beträgt 330 g/l bei der Temperatur 20°C und 530 g/l bei der Temperatur 90°C [24, 37, 38, 39].

Die Versuche zur Granulatnachbehandlung wurden nach dem Schema in Anlage 34 durchgeführt:

- Granulataufgabe in die Trommel (siehe Anlage 34, 1).
- Granulatumwälzen in der Trommel (siehe Anlage 34, 2) bei eingestellter Drehzahl (siehe Anlage 34, a). Für die Dauer des Granulatumwälzens wurden 15 Minuten festgelegt.
- Die Granulatbefeuchtung wurde nach 5 Minuten Granulatumwälzen durch Aufsprühen der gesättigten Lösung (ca. 50 ml pro 1 kg Granulat) auf das rotierende Granulat realisiert (siehe Anlage 34, 3). Die gesättigte Salzlösung wurde durch Schütteln des Aufgabesalzes Sylvin Rot (USA) in Wasser bei 90 °C vorbereitet.

- Danach wurde die Granulattrocknung für jede Versuchsprobe nach zwei Methoden durchgeführt (siehe Anlage 34, 4). Zum einen erfolgte die Trocknung bei Raumtemperatur von ca. 20 °C über 12 Stunden. Zum anderen wurde im Trockenschrank getrocknet (siehe Anlage 34, 4 und b) bei einer Temperatur von 90°C und einer Trocknungsdauer von 90 Minuten.
- Das getrocknete Granulat wurde abgesiebt, um den Abrieb < 2 mm abzutrennen.

Die Abbildung 6-1 zeigt die Verbesserung der Granulatfestigkeit mittels der Nachbehandlung.

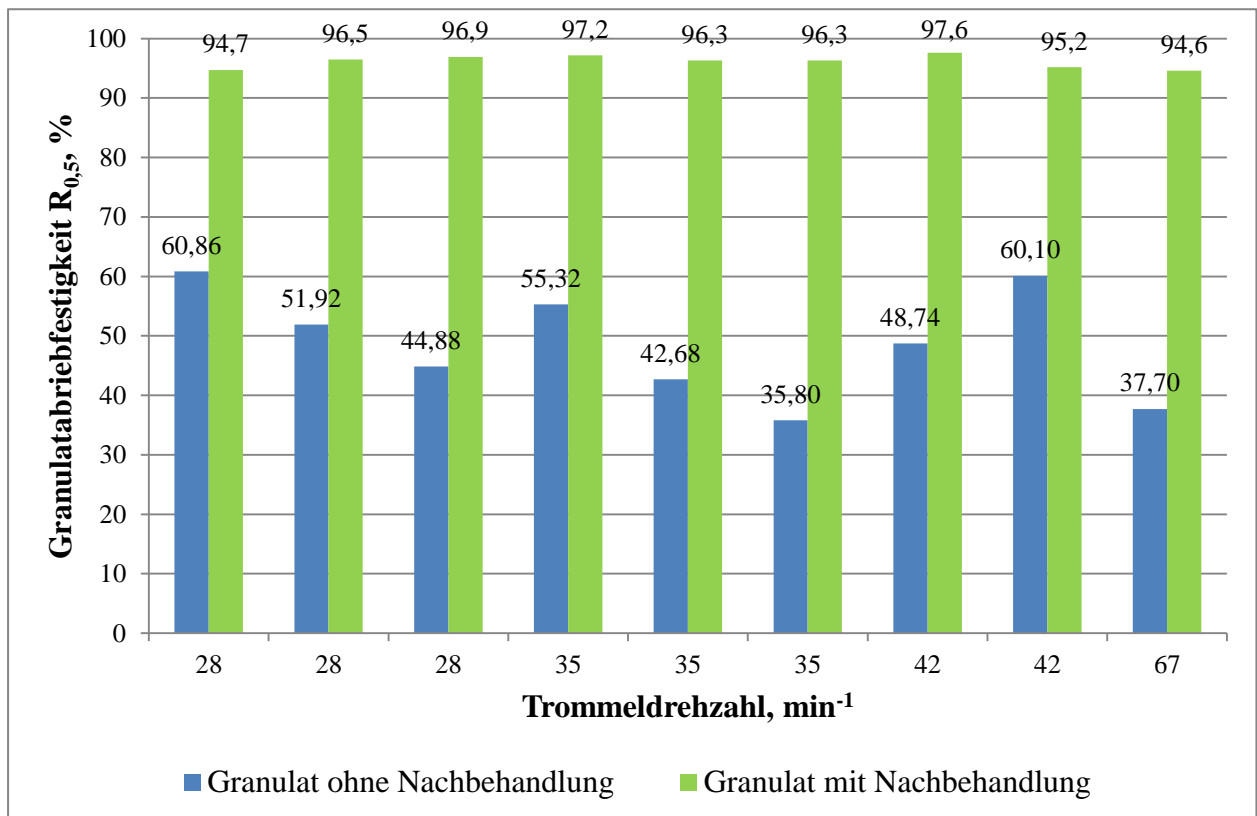


Abbildung 6-1 : Granulatqualität vor und nach der Nachbehandlung. (Die Granulattrocknung erfolgte im Ofen bei 90 °C über 90 Minuten.)

Es wird deutlich, dass die Abriebfestigkeit des nachbehandelten Granulates fast unabhängig von der Granulatausgangsfestigkeit (im Bereich von 35,8 bis 60,86 %) ist. Die Abriebfestigkeit des nachbehandelten Granulats beträgt durchschnittlich ca. 96 %. Das heißt, dass die Abriebfestigkeit des nach dem Kompaktier-/Zerkleinerungs-Verfahren hergestellten Granulates aus Sylvin Rot (USA) mit dem oben beschriebenen Nachbehandlungsverfahren abgesichert werden kann.

In weiteren Versuchen zur Qualitätssicherung wurde statt einer Salzlösung reines Leitungswasser für die Granulatbefeuchtung verwendet. Die Abbildung 6-2 zeigt, dass auch reines Leitungswasser verwendbar ist, weil gegenüber der Salzlösung keine Benachteiligung für die Nachverfestigung eingetreten ist. Die Abbildung 6-2 zeigt des Weiteren den Einfluss der Trommeldrehzahl auf die Abriebfestigkeit des nachbehandelten Granulates sowie den Einfluss der Trocknungsbe-

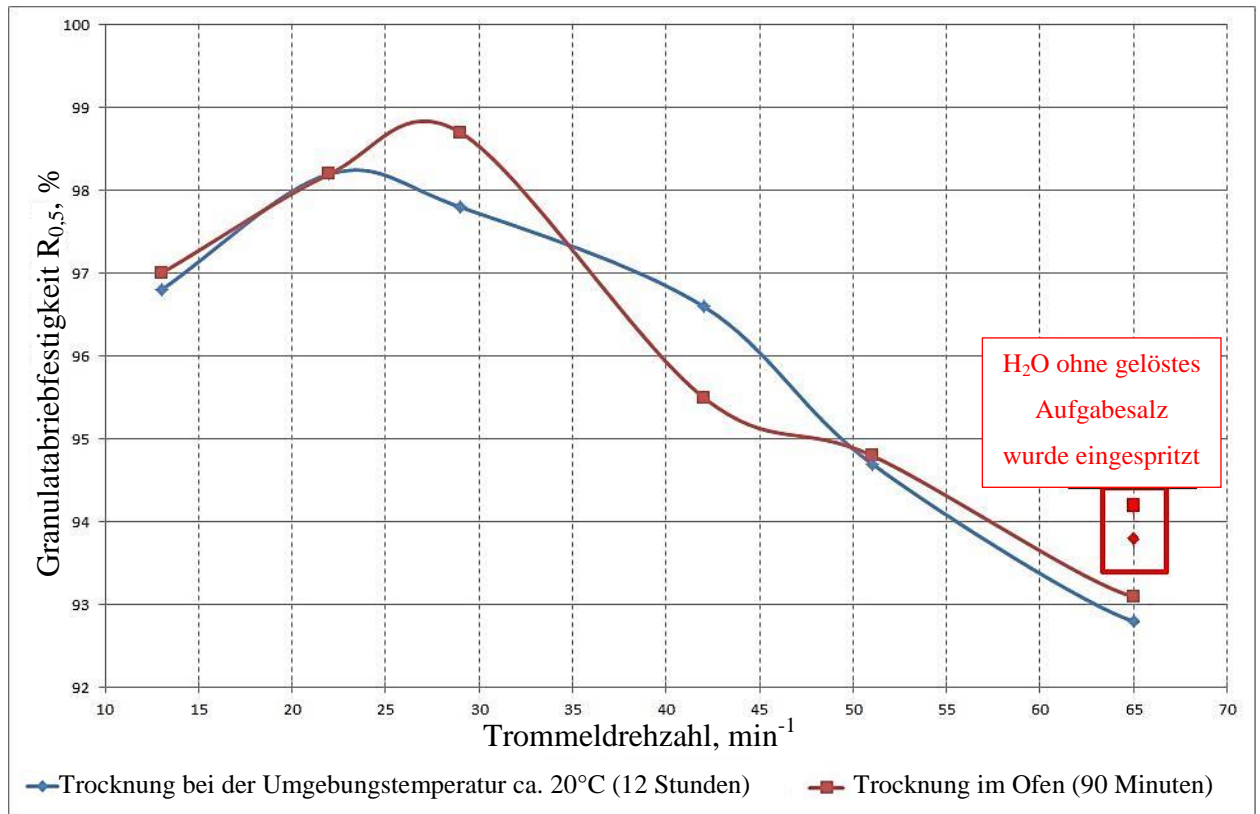


Abbildung 6-2 : Granulatabriebfestigkeit in Abhängigkeit von der Trommeldrehzahl für die zwei Trocknungsmethoden des Granulates.

dingungen. Es existiert eine optimale Trommeldrehzahl im Bereich von 22 bis 29 min^{-1} . Die zwei untersuchten Trocknungsmethoden haben keinen signifikanten Einfluss auf die Granulatqualität. Es sind also auch höhere Trocknungsgeschwindigkeiten möglich, woraus Vorteile für die Investitionskosten des Trocknungsapparates resultieren können.

7 ANWENDUNG DER MODELLIERUNGSERGEBNISSE ZUR OPTIMIERUNG DER GRANULATHERSTELLUNG FÜR SYLVIN ROT (USA)

Das aufgestellte Komplexmodell kann für die Optimierung der gesamten Anlage zur Kalisalzgranulatherstellung verwendet werden. Im Weiteren wird ein Beispiel der Komplexmodellanwendung zur Berechnung der Granulatproduktion für eine Kompaktier-/Granulieranlage gemäß Abbildung 7-1 vorgestellt. Analoge Berechnungen sind für alle möglichen Anlagenvarianten (siehe Abbildung 2-11) durchführbar.

Die Modellanalyse hatte ergeben, dass die Granulatausbeute bei der geringsten Presslingshöhe maximal wird. Die für die Anlageneffektivität maßgebliche Granulatproduktion ergibt sich aber näherungsweise aus Pressendurchsatz multipliziert mit der Granulatausbeute, wenn der Frei-

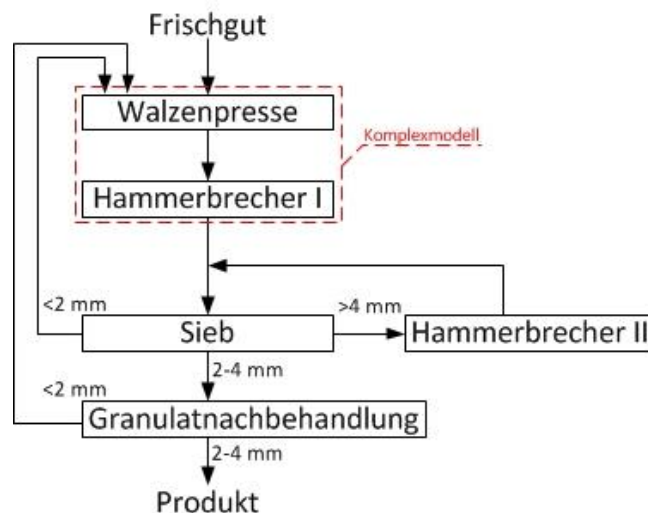


Abbildung 7-1 : Anlagenschema zur Kalisalzgranulatherstellung ohne Vorbrecher mit zwei gleichen Hammerbrechern

durchlauf von unverpresstem Salz vernachlässigt wird (Presslingsausbeute 100 %). Es ist also von Interesse, die Granulatproduktion in Abhängigkeit von der Presslingsstärke zu berechnen, da letztere dem Pressendurchsatz proportional ist. Presslingsstärke und Granulatausbeute sind zwei gegenläufige Einflussgrößen auf die Granulatproduktion, wobei die beiden Einflüsse korreliert sind.

Zur Berechnung der Massenströme gemäß Anlagenschema in Abbildung 7-1 wurden folgende Annahmen getroffen:

- Maximaler Pressendurchsatz bei einer Presslingsstärke von 20 mm beträgt 100 t/h; 100 % Presslingsausbeute,

- Walzenpresse und Hammermühle sind nach der Modellanalyse (Komplexmodell) so eingestellt, dass die Granulatausbeute maximal wird, d. h.
 - Presstemperatur $\vartheta_p = 98\text{ °C}$,
 - effektiver Pressdruck $p = 140\text{ MPa}$ (d. h. spezifische Anpresskraft der Presswalzen für gleiche Dichte und Festigkeit der KCl-Presslinge),
- Qualität der Presslinge von der hydraulischen Stempelpresse und von der Walzenpresse stimmen bezüglich des Zerkleinerungsverhaltens überein, wenn gleiche Kompaktierbedingungen eingehalten werden,
- Rotorumfangsgeschwindigkeit für Hammerbrecher I beträgt 10 m/s gemäß Modelldaten für maximale Granulatausbeute,
- Die Spaltweite des Austragsrostes für Hammerbrecher I beträgt 7 mm gemäß Modelldaten für maximale Granulatausbeute,
- Hammerbrecher II ist so eingestellt, dass das Zerkleinerungsprodukt näherungsweise die gleiche Korngrößenzusammensetzung hat wie das von Hammerbrecher I,
- die Granulatfestigkeit wird unabhängig von der mit der Presslingsstärke fallenden Ausgangsfestigkeit auf ein Mindestniveau von $R_{0,5} \geq 90\text{ %}$ durch Nachbehandlung angehoben und damit die Verkaufsfähigkeit in jedem Fall gesichert,
- der bei der Granulatsnachbehandlung produzierte Abrieb wird auf 5 % angesetzt bezogen auf Granulataufgabemenge; dieses Feinkorn wird ebenfalls der Presse wieder aufgegeben.

Tabelle 7-1 enthält den Pressendurchsatz sowie die Granulatausbeuten Ψ_{2-4} und Ψ_{1-4} gemäß Komplexmodell in Abhängigkeit von der Presslingshöhe.

Tabelle 7-1 : Durchsatz und Granulatausbeuten in Abhängigkeit von der Presslingshöhe für Sylvin Rot (USA) [34]

Presslingshöhe $h_p[h]$, mm		10	13	15	18	20
Durchsatz der Walzenpresse, t/h		50	65	75	90	100
Granulatausbeute entsprechend Modell, %	Ψ_{2-4}	19,9	17,9	16,8	15,4	14,6
	Ψ_{1-4}	28,1	25,8	24,4	22,6	21,6

Mit diesen Daten wurden die Massenströme der Kompaktier-/Granulieranlage gemäß Schema in Abbildung 7-1 auf der Basis einer im Programm EXCEL erstellten Iterationsprozedur (siehe Anlage 35) berechnet. Für die Granulatproduktion ergeben sich die in den Abbildungen 7-2 und 7-3 erstellten Diagramme. Mit steigender Presslingshöhe von 10 auf 20 steigt auch die Granulat-

produktion, aber nicht zu 100 % wie der Durchsatz, sondern nur zu 31 % (Ψ_{2-4}) bzw. 39 % (Ψ_{1-4}), wenn die Granulatnachbehandlung mit berücksichtigt wird.

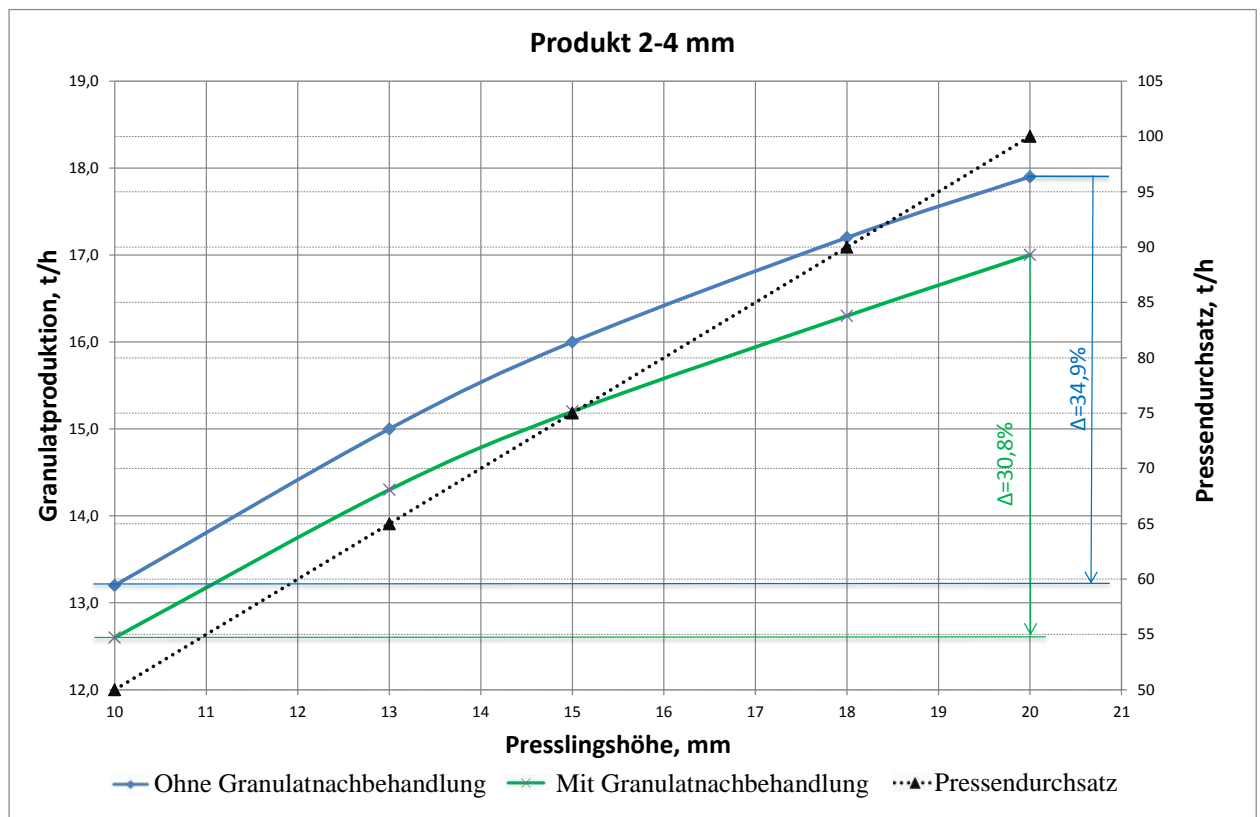


Abbildung 7-2 : Granulatproduktion 2-4 mm in Abhängigkeit von der Presslingshöhe. (Kreislaufberechnung nach Schema in Abbildung 7-1)

Der Anstieg der Granulatproduktion ist nicht linear, sondern degressiv ansteigend wegen abnehmender Granulatausbeute, und es ist zu vermuten, dass die Kennlinien ein Maximum bei $h_p > 20$ mm durchlaufen.

Bei der Verwendung dieser Rechnungen zur Anlagenoptimierung ist zu berücksichtigen, dass mit zunehmender Presslingshöhe der Anlagenaufwand steigt, da die Kreislaufmenge beträchtlich wächst sowie auch der Aufwand für die Granulatnachbehandlung. Deshalb ist eine optimale Presslingsstärke von $h_p \leq 20$ mm anzunehmen. Wo das Anlagenoptimum für das Kalisalz Sylvin Rot (USA) genau liegt, kann nur über eine detaillierte Kosten- bzw. Gewinnanalyse für konkrete Anlagenspezifikationen ermittelt werden. Die Daten des vorgestellten Komplexmodells bilden hierfür die Grundlage.

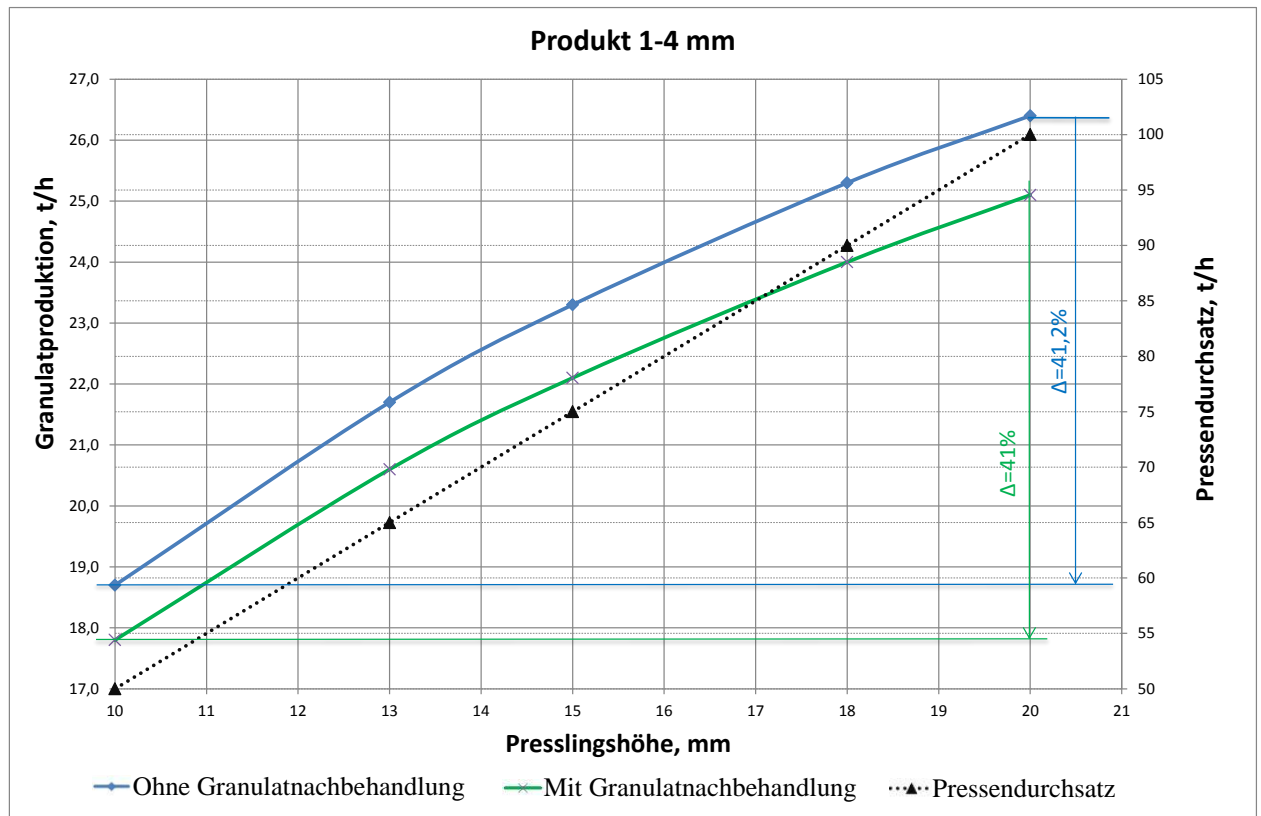


Abbildung 7-3 : Granulatproduktion 1-4 mm in Abhängigkeit von der Presslingshöhe. (Kreislaufberechnung nach Schema in Abbildung 7-1)

8 ZUSAMMENFASSUNG

Kaligranulat wird nach dem Kompaktier-/Zerkleinerungs-Verfahren hergestellt. Zur Optimierung müssen sowohl der Kompaktierprozess als auch der Zerkleinerungsprozess betrachtet und aufeinander abgestimmt werden. Nach dem Erkenntnisstand ist die notwendige Komplexoptimierung bislang nicht erfolgt. Optimierungsziele waren entweder der Kompaktier- oder der Zerkleinerungsprozess. Deshalb bestand die Hauptaufgabe der Arbeit in der Aufstellung eines mathematisch-statistischen Komplexmodells für die wichtigsten Zielgrößen Granulatausbeute und Granulatfestigkeit, welches sowohl die Haupteinflüsse des Kompaktierprozesses als auch die Haupteinflüsse des Zerkleinerungsprozesses berücksichtigt.

Für die Untersuchungen wurde ein Problemsalz, Sylvin Rot (USA), ausgewählt, dessen Kompaktat in der Praxis bislang bei der Zerkleinerung zu wenig Granulat im geforderten Kornspektrum lieferte und dessen Granulat außerdem die Festigkeitsanforderungen nicht erfüllte.

In Voruntersuchungen konnte zunächst festgestellt werden, dass durch mechanische Aktivierung des Salzes die Zielgrößenwerte stark angehoben werden können als Voraussetzung für eine erfolgreiche Anwendung des Kompaktier-/Zerkleinerungs-Verfahrens. Eine ausreichende mechanische Aktivierung gelingt durch Nachzerkleinerung des Salzes in Prallmühlen.

Die Voruntersuchungen haben des Weiteren die Anwendbarkeit der statistischen Versuchsplanung zur Aufstellung brauchbarer Modelle für die Prozesse Kompaktierung und Zerkleinerung nachgewiesen. Die Anforderungen der Versuchsplanung an die Versuchstechnik und Versuchsdurchführung sind erfüllt worden.

Das Konzept war, zuerst ein statistisches Modell für den Kompaktierprozess zu berechnen und dieses über einen Kopplungsparameter mit dem nachfolgend zu erstellenden Zerkleinerungsmodell zu einem Verfahrens-Komplexmodell zu vereinigen. Nach der Analyse des Kompaktiermodells war jedoch klar, dass die Kopplungsidee nicht funktionieren würde, wegen gravierender Unbestimmtheiten der als Kopplungsparameter in Frage kommenden Festigkeitskenngrößen der Kompaktate.

Es wurde deshalb ein vereinfachtes Komplexmodell mit reduzierter Parameteranzahl auf der Basis statistischer Versuchsplanung erstellt, in das die wichtigsten Einflüsse beider Prozesse eingehen. Die Modellanalyse weist anhand statistischer Kenngrößen die Brauchbarkeit dieses Verfahrens-Komplexmodells nach. Das Modell kann entweder zur Optimierung der Verfahrensparameter für die Granulatausbeute oder zur Optimierung der Verfahrensparameter für die Granulatfestigkeit verwendet werden. Da die Granulatfestigkeit wie nachgewiesen in

jedem Fall durch eine Granulatnachbehandlung gesichert werden kann, macht es mehr Sinn, das Modell für die Maximierung der Granulatausbeute einzusetzen.

Das Komplexmodell zeigt die Wirkung folgender Haupteinflussgrößen auf die Granulatausbeute und Granulatfestigkeit (siehe Tabelle 8-1):

- Pressdruck p , Presstemperatur ϑ_p , Presslingshöhe h_p (Kompaktierprozess),
- Rotorumfangsgeschwindigkeit v_{um} , Spaltweite des Brecherrostes s_R (Zerkleinerungsprozess).

Tabelle 8-1 : Die maximale berechnete Zielgrößenänderung bei der Variation nur einer Einflussgröße, wobei alle anderen Einflussgrößen auf dem 0-Niveau festgestellt sind

Einflussgröße	Intervall	$\Psi_{>4_max} - \Psi_{>4_min}$ [%]	$\Psi_{<2_max} - \Psi_{<2_min}$ [%]	$\Psi_{2-4_max} - \Psi_{2-4_min}$ [%]	$R_{0,5_max} - R_{0,5_min}$ [%]
Pressdruck p :	80 - 160 MPa	12,32	19,01	6,69	24,31
Presstemperatur ϑ_p :	79 - 140 °C	4,61	6,61	2,74	14,85
Presslingshöhe h_p :	10 - 20 mm	5,11	7,56	2,3	10,73
Rotorumfangsgeschwindigkeit v_{um} :	10 - 25 m/s	14,09	17,16	3,06	15,12
Spaltweite des Brecherrostes s_R :	7 - 13 mm	16,16	13,95	2,49	0,62

Die maximale Granulatausbeute für das Problemsalz Sylvin Rot (USA) liegt im wirtschaftlichen Bereich, wenn das Kalisalz vor der Kompaktierung durch Feinzerkleinerung mechanisch aktiviert wird.

Das Komplexmodell lässt sich für die Maximierung der Produktion qualitätsgerechten Granulates einer kompletten Granulieranlage bestehend aus Walzenpresse, Zerkleinerungsapparaten und Klassierapparat einsetzen. Damit ist es ein leistungsfähiges Werkzeug zur Effizienzsteigerung der Kaligranulatproduktion.

LITERATURVERZEICHNIS

1. Deutsche Norm DIN 18123 April 2011. Baugrund, Untersuchung von Bodenproben - Bestimmung der Korngrößenverteilung
2. Deutsche Norm DIN 18125-1 Juli 2010. Baugrund, Untersuchung von Bodenproben – Bestimmung der Dichte des Bodens –Teil 1: Laborversuche
3. Deutsche Norm DIN 66165 Teil 1,2 April 1987. Partikelgrößenanalyse; Siebanalyse; Grundlagen, Durchführung
4. Deutsche Norm DIN EN 1097-1 April 2011. Prüfverfahren für mechanische und physikalische Eigenschaften von Gesteinskörnungen – Teil 1 : Bestimmung des Widerstandes gegen Verschleiß (Micro-Deval); Deutsche Fassung EN 1097-1:2011
5. Deutsche Norm DIN EN 12372 Februar 2007. Prüfverfahren für Naturstein – Bestimmung der Biegefestigkeit unter Mittellinienlast; Deutsche Fassung EN 12372:2006
6. Deutsche Norm DIN EN 1926 März 2007. Prüfverfahren für Naturstein – Bestimmung der einachsigen Druckfestigkeit; Deutsche Fassung EN 1926:2006
7. Deutsche Norm DIN EN ISO 6507-1 März 2006. Metallische Werkstoffe – Härteprüfung nach Vickers – Teil 1: Prüfverfahren (ISO 6507-1:2005); Deutsche Fassung EN ISO 6507-1:2005
8. Deutsche Norm DIN ISO 3310-1 September 2001. Analysensiebe. Technische Anforderungen und Prüfung – Teil 1 : Analysensiebe mit Metalldrahtgewebe (ISO 3310-1:2000)
9. Eggert, F.: Standardfreie Elektronenstrahl- Mikroanalyse mit dem EDX im Rasterelektronenmikroskop, BoD, Norderstedt, 2005, 188 Seiten
10. Gundlach Equipment Corporation (2011): Cage-Paktor® Cage Mill Designed for LoUSA Product Oversize, Highest Product Yield and Best Crushing Efficiency. <http://www.gundlachcrushers.com/crushers/cage-paktor-cage-mill.cfm>
11. Heinz, A., Von der Osten, R. : ABC Kali und Steinsalz. 1. Auflage, VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, Leipzig, 1982
12. Herrman, W. : Das Verdichten von Pulvern zwischen zwei Walzen. Verlag Chemie, Weinheim/Bergstr., 1973

13. Hoche, A. : Entwicklung eines Verfahrens zur Granulierung von Kieserit - Düngemitteln. TU Bergakademie Freiberg, Dissertation, 2007
14. Höffl, K. : Zerkleinerungs- und Klassiermaschinen. VEB Dt. Verl. für Grundstoffindustrie, Leipzig, 1985
15. Holländer, J. : Berechnung und Analyse von Hammerbrechern. TU Bergakademie Freiberg, Dissertation, 2001
16. <http://teaching.eduhi.at/lehnerj/APA/MVT-Zerkleinern.pdf>
17. <http://www.bepexhosokawa.com/01compaction/brochures/brochures.asp>
18. Jauernik, B. ; Landsmann, R. : Hochleistungs-Siebmaschinen in der Kali-Industrie. Aufbereitungstechnik 47 (2006) Nr. 5, S. 4 – 9
19. Kellerwessel, H. : Die trockene Pressgranulierung von Kalidüngesalzen und anderen druckplastischen Salzen. In Aufbereitungstechnik (1967), Nr. 2, S. 80 – 84
20. Köppern GmbH und Co. KG: Bilder der Apparate im Technikum Freiberg, 2011
21. Krug, H.; Naundorf, W.; Wollenberg, R. : Beiträge zur Herstellung von hochwertigen Verkokungsbriketts aus Braunkohlen sowie über das Agglomerationsvermögen von Düngemittelgemischen. Freiburger Forschungsheft A 629 – Leipzig : VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, 1981
22. Mineraldünger der K+S KALI GmbH. Herausgeber: K+S KALI GmbH, 34131 Kassel·www.kali-gmbh.com
23. Pahl, M. H. : Zerkleinerungstechnik. – 2. Aufl.– Leipzig u.a: Fachbuchverl, 1993
24. Petchkovskiy, V. V. ; Pinaev, G. F. ; Dsjuba, E. D. : Technologija kalijnuch udobrenij. Minsk, 1978
25. Pietsch, W. : Agglomeration Processes. Wiley-VCH Verlag GmbH, Weinheim, 2002
26. Pietsch, W.: Das Körnen von Düngemitteln mit dem Kompaktier-Granuliertverfahren. In Aufbereitungstechnik (1971), Nr. 11, S. 684 – 690
27. RHEWUM GmbH. Produktliste, 2012 : <http://www.rhewum.com/de/DF-18-2,3.html>
28. Rieschel, H.; Zech, K. : Vergleich verschiedener Prüfmethode zur Qualitätsprüfung von Kaligranulat. Nr. 10.3. Nachdruck aus „Aufbereitungs-Technik“, Hattingen, Heft 9/1981
29. Rose, D. : Beitrag zur Verdichtung chloridischer Kalidüngesalze auf Glattwalzenpressen. TU Bergakademie Freiberg, Dissertation, 1970

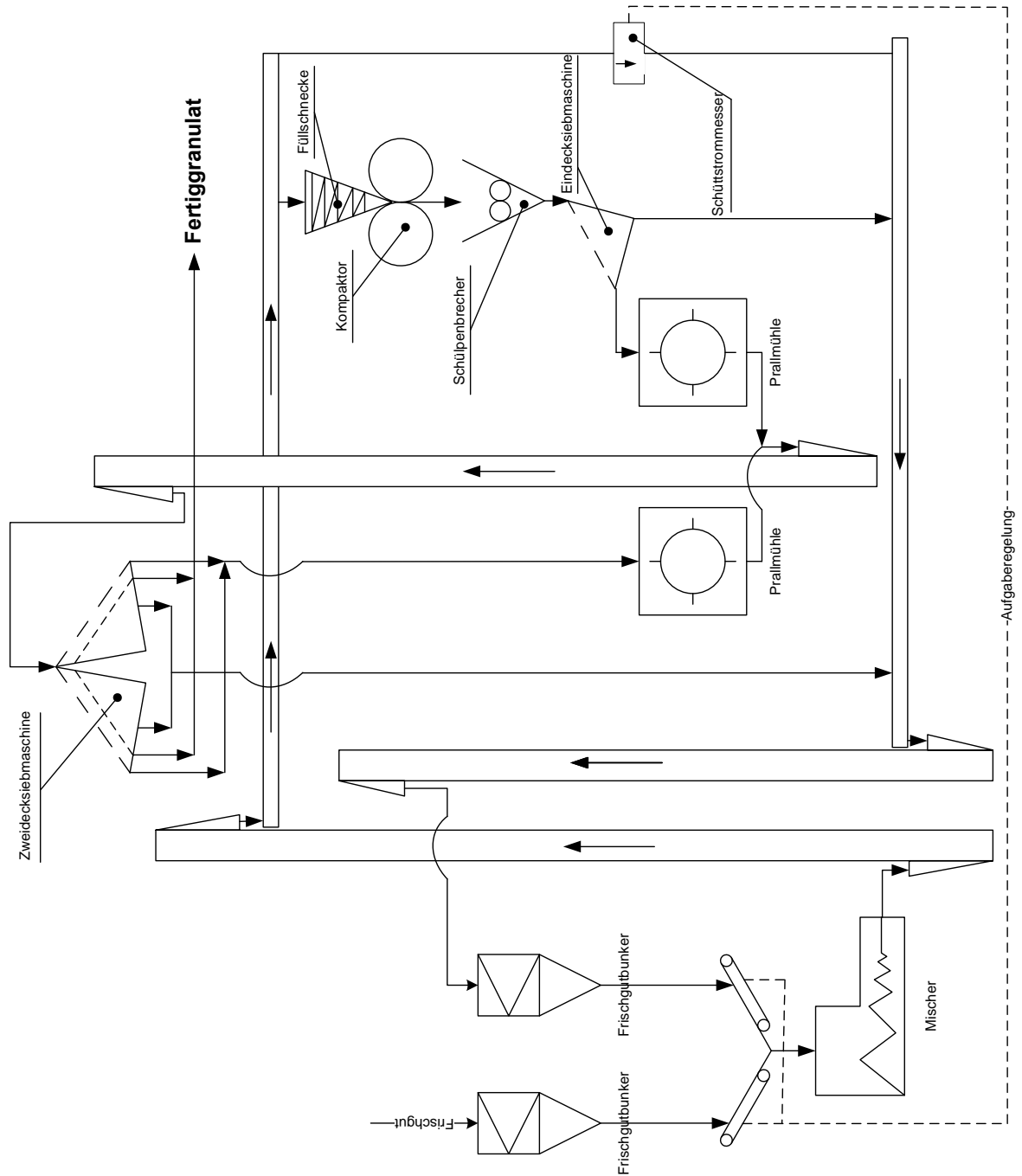
30. SANDVIK AB. Produktliste. 2012 : www.sandvik.com
31. Scheffler, E. : Einführung in die Praxis der statistischen Versuchsplanung. 2., stark überarbeitete Auflage, VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, Leipzig, 1974
32. Schröcke, H.; Weiner, K.-L. : Mineralogie. Berlin, New York: Walter de Gruyter. 1981. – ISBN 3-11-006823-0
33. Schubert, H. : Handbuch der Mechanischen Verfahrenstechnik. WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim, 2003
34. Schubert, H. : Mechanische Verfahrenstechnik. – 2., überarb. Aufl. – Leipzig : Dt. Verl. für Grundstoffind., 1986
35. Schubert, H.: Aufbereitung fester mineralischer Rohstoffe. Leipzig: VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie. Bd I. 1989. – ISBN 3-342-00289-1
36. Schwister, K. : Taschenbuch der Verfahrenstechnik. 3., aktualisierte und verbesserte Auflage. Fachbuchverlag Leipzig im Carl Hanser Verlag, 2007
37. Sdanovskiy, A. B. : Galurgija. Leningrad, 1972
38. Sokolov, I. D. : Galurgija. Teorija i praktika, Leningrad, 1983
39. Sokolov, I. D. ; Muravjev, A. V. ; Safrugin, J. S. ; Sebalov, V. A. ; Titkov, S. N. ; Tcherkes, G. S. ; Schicheeva, L. V. : Pererabotka prirodnuch solej i rassolov, Chimija, Leningrad, 1985
40. Stahl, H.: Kompaktierung von Düngemitteln – Stand der Technik. In Aufbereitungstechnik (1980), Nr. 10, S. 525 – 533
41. Stieß, M. : Mechanische Verfahrenstechnik 2. Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 1994
42. Strube, M.: Einflussfaktoren auf Qualitäts- und Leistungsparameter bei der Granulierung von Kalisalzen. Vortrag zum Kalisymposium in Solikamsk/UdSSR am 6.6.1988
43. TU Bergakademie Freiberg, Institut für Aufbereitungsmaschinen : Bilder der Apparate im Labor, 2011
44. TU Bergakademie Freiberg, Institut für Mineralogie: Laboruntersuchungsbericht vom 15.12.2009, Freiberg
45. TU Bergakademie Freiberg, ITUN - Institut für Thermische Verfahrenstechnik, Umwelt- und Naturstoffverfahrenstechnik: Bilder der Apparate im Labor, 2011
46. Uetz, H. : Abrasion und Erosion. Carl Hanser Verlag München Wien, 1986

47. Wagner, B. : Untersuchungen zur Optimierung von Kreisläufen zur Kompaktiergranulierung. TU Bergakademie Freiberg. Diplomarbeit, 2009
48. Wegner, T. : Prallzerkleinerung grober Einzelpartikel als Auslegungsgrundlage für Rotorprallbrecher. TU Bergakademie Freiberg, Dissertation, 2005
49. Wollenberg, R. : Beitrag zur Anwendung des Kompaktier Zerkleinungsverfahrens für die Herstellung von Granulat aus feinkörnigen Mehrkomponenten-Mischdüngemitteln. TU Bergakademie Freiberg, Dissertation, 1980
50. Wollenberg, R. : Ergänzungsmaterial zur Lehrveranstaltung «Methoden der Prozessanalyse». TU Bergakademie Freiberg, 2007
51. Wollenberg, R. : Vorlesungsunterlagen Methoden der Prozessanalyse. TU Bergakademie Freiberg, 2009
52. Wollenberg, R.: Vorlesungsunterlagen Agglomerationstechnik. TU Bergakademie Freiberg, 2009
53. Zisselmar, R. : Kompaktiergranulieren mit Walzenpressen. Chem.-Ing.-Tech. 59 (1987) Nr. 10, S. 779-787

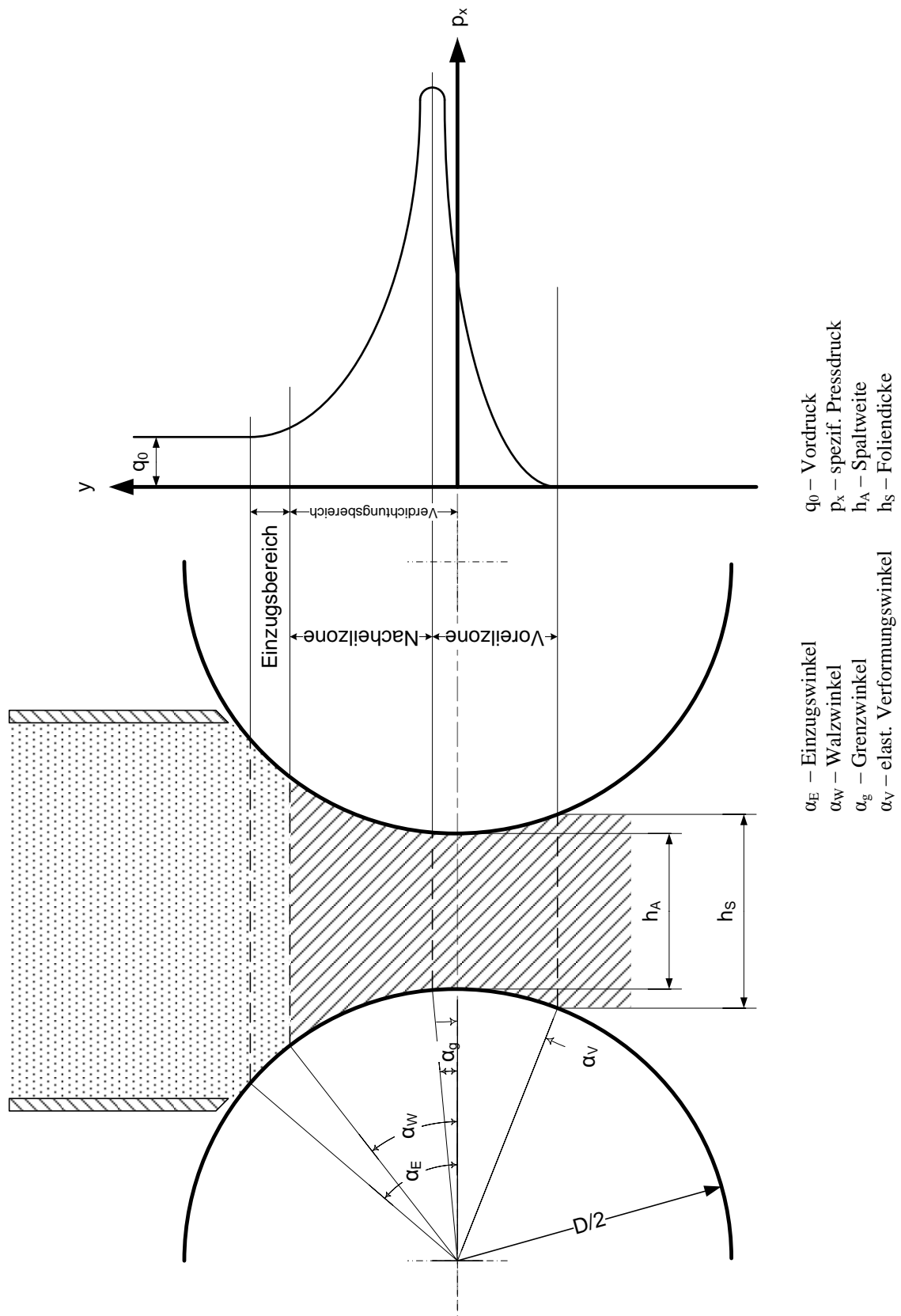
ANLAGENVERZEICHNIS

Anlage 1 : Fließbild einer Kompaktier/Granulier-Anlage für Kaliumchlorid [53]	130
Anlage 2 : Einzug- und Verdichtungsbereich mit geometrischen Daten und spezifische Pressdruckverteilung bei einer Walzenpresse	131
Anlage 3 : Skizzen verschiedener Walzenoberflächen für die Kompaktierung und Darstellungen der Presslinge: (a) glatt, (b) gewellt, (c) gerillt Steg auf Mulde, (d) gerillt Steg auf Steg, (e) gewaffelt [25].....	132
Anlage 4 : REM – Aufnahme der Oberfläche des einzelnen Kornes (Sylvin Rot (USA))	133
Anlage 5 : Mittelwerte der REM-Analyse für das Salz Sylvin Rot (USA) sowie Sylvin Weiß (USA)	134
Anlage 6 : REM – Aufnahme der Oberfläche des einzelnen Kornes (Sylvin weiß (USA))	135
Anlage 7 : Ergebnisse der Röntgenphasenanalyse [44]	136
Anlage 8 : Ergebnisse der Härtebestimmung nach Vickers	137
Anlage 9 : Auszug aus der chemisch-physikalischen Analyse (K-UTEC AG Salt Technologies)	138
Anlage 10 : Rotorflügelmühle Record C [45] für die Presslingszerkleinerung	139
Anlage 11 : Presslinge mit Standardformat ($\varnothing = 50$ mm, $h_p = 20$ mm) für Festigkeitsuntersuchungen,, hergestellt im Rahmen der Vorversuche unter Anwendung maximaler Faktorwerte ($p = 160$ MPa, $\vartheta_p = 140$ °C, $t_p = 6$ s).....	140
Anlage 12 : Statistischer Versuchsplan (SVP Nr. 1) – Matrix und Zielgrößenwerte.....	141
Anlage 13 : Presslinge vor und nach der Biegefestigkeitsbestimmung	142
Anlage 14 : SygmaSTAT – Protokoll nichtlinearer Regressionsanalyse für die Presslingsdruckfestigkeit, SVP Nr. 1	143
Anlage 15 : SygmaSTAT – Protokoll nichtlinearer Regressionsanalyse für die Presslingsdruckfestigkeit, SVP Nr. 1 (Fortsetzung).....	144
Anlage 16 : Gesamtansicht des mathematisch-statistischen Modells für den Kompaktier- prozess, SVP Nr. 1	145
Anlage 17 : Versuchsprogramm und Ergebnisse des FP Nr. 1 für die Zerkleinerungsvorversuche mit der Rotorflügelmühle Record C, Presslinge aus Sylvin Rot (USA)	146
Anlage 18 : Versuchsprogramm und Ergebnisse des FP Nr. 2 für die Zerkleinerungsvorversuche	147
Anlage 19 : Versuchsprogramm und Ergebnisse des FP Nr. 2 für die Zerkleinerungsvorversuche (Fortsetzung)	148
Anlage 20 : Maximalwerte der Granulatausbeute (FP Nr. 2).....	149
Anlage 21 : Korngrößenanalyse, Sylvin Rot (USA), unaktiviert	150

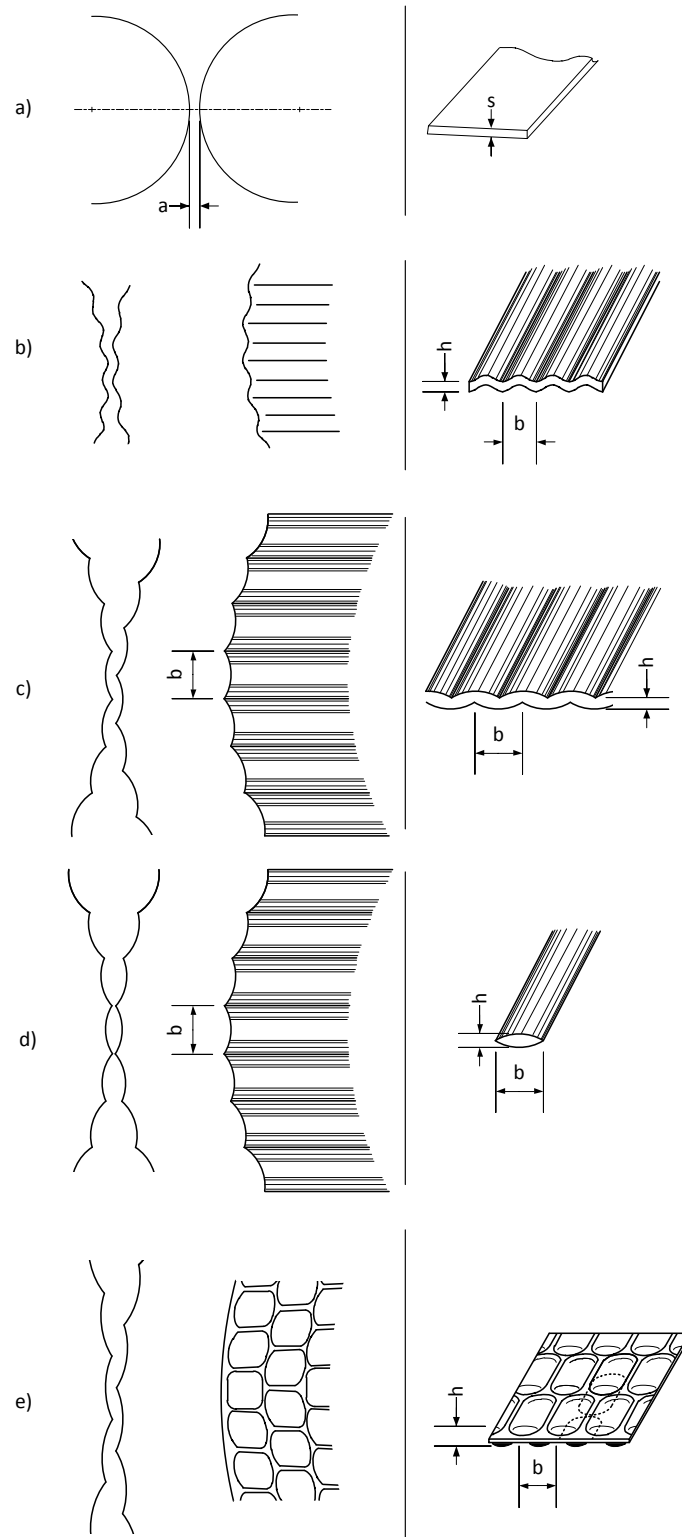
Anlage 22 : Korngrößenanalyse, Sylvin Rot (USA), aktiviert mit Schlagnasenmühle.....	151
Anlage 23 : Faktorplan Nr. 3 für die Zerkleinerungsvorversuche (Aktivierungsmahlung mit Schlagnasenmühle).....	152
Anlage 24 : Faktorplan Nr. 4 für die Zerkleinerungsvorversuche (Aktivierungsmahlung mit Scheibenmühle)	153
Anlage 25 : Statistischer Versuchsplan (SVP Nr. 2) – Matrix	154
Anlage 26 : SygmaSTAT – Protokoll nichtlinearer Regressionsanalyse für die Presslingsdruckfestigkeit, SVP Nr. 2	155
Anlage 27 : SygmaSTAT – Protokoll nichtlinearer Regressionsanalyse für die Presslingsdruckfestigkeit, SVP Nr. 2 (Fortsetzung).....	156
Anlage 28 : Gesamtansicht des mathematisch-statistischen Modells für den Kompaktierprozess mit der hydraulischen Stempelpresse, SVP Nr. 2	157
Anlage 29 : Statistischer Versuchsplan (SVP Nr. 3) – Matrix	158
Anlage 30 : Statistischer Versuchsplan (SVP Nr. 3) – Matrix (Fortsetzung).....	159
Anlage 31 : Versuchsplantabelle SVP Nr. 3	160
Anlage 32 : Gesamtansicht des mathematisch-statistischen Komplexmodells für die Prozesse Kompaktierung und Zerkleinerung, SVP Nr. 3.....	161
Anlage 33 : SigmaSTAT – Protokoll nichtlinearer Regressionsanalyse für die Granulatausbeute 2-4 mm, SVP Nr. 3.....	162
Anlage 34 : Verfahrensschema für die Granulatnachbehandlung	163
Anlage 35 : Iterationsprozedur für die Massenstromberechnung bei der Kalisalzgranulatherstellung (Beispiel $h_p = 20$ mm)	164



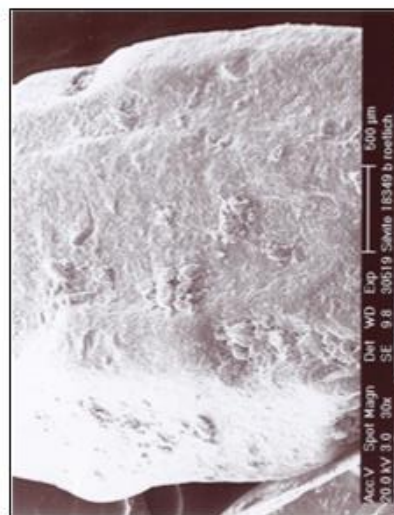
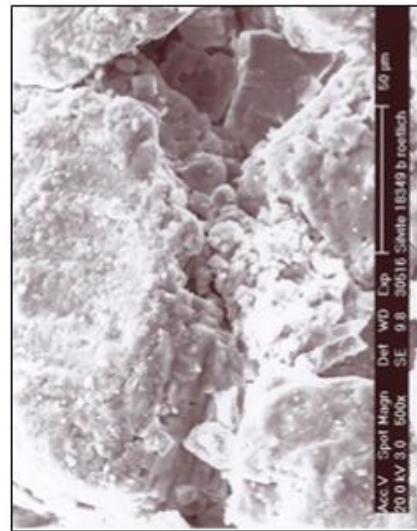
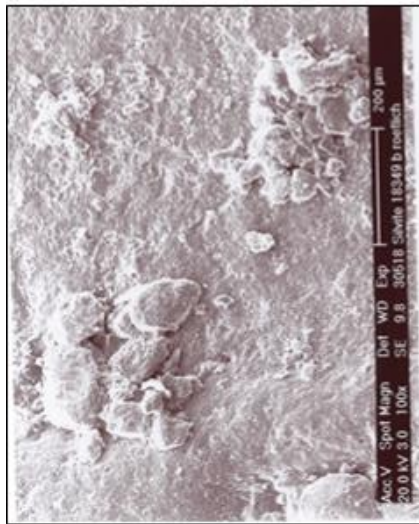
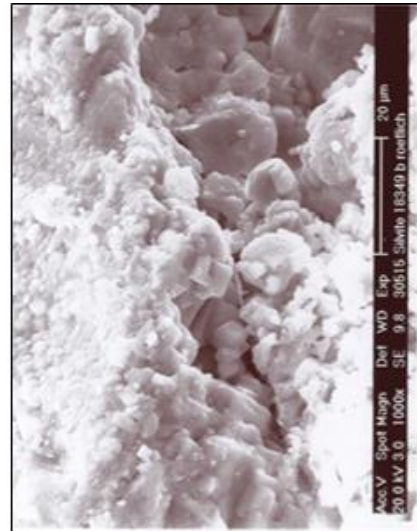
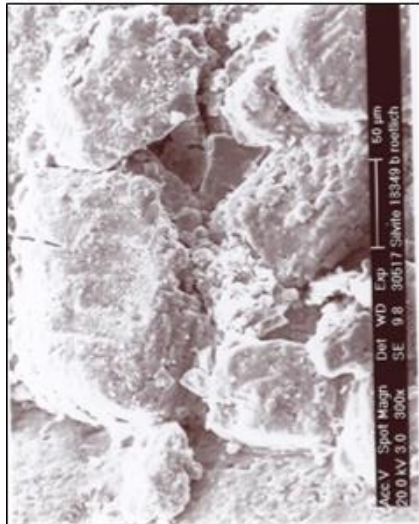
Anlage 1 : Fließbild einer Kompaktier/Granulier-Anlage für Kaliumchlorid [53]



Anlage 2 : Einzug- und Verdichtungsbereich mit geometrischen Daten und spezifische Pressdruckverteilung bei einer Walzenpresse



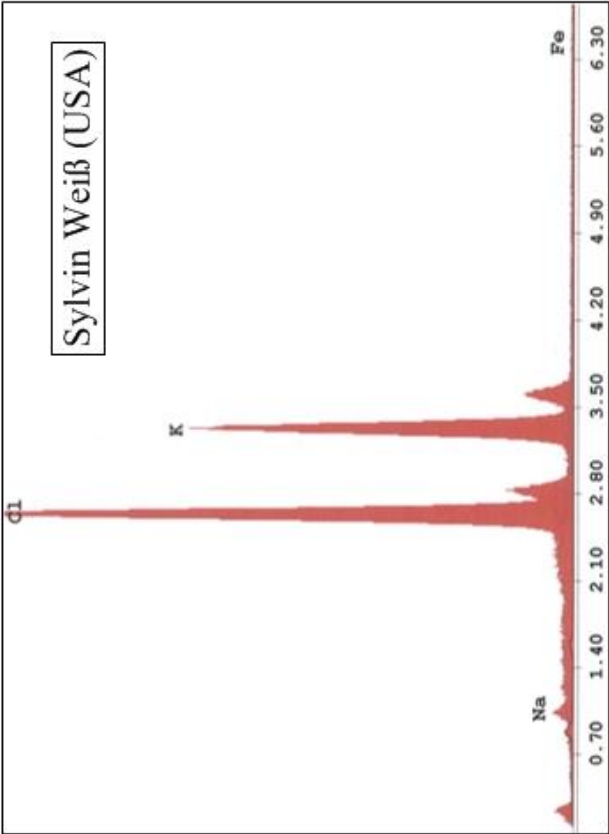
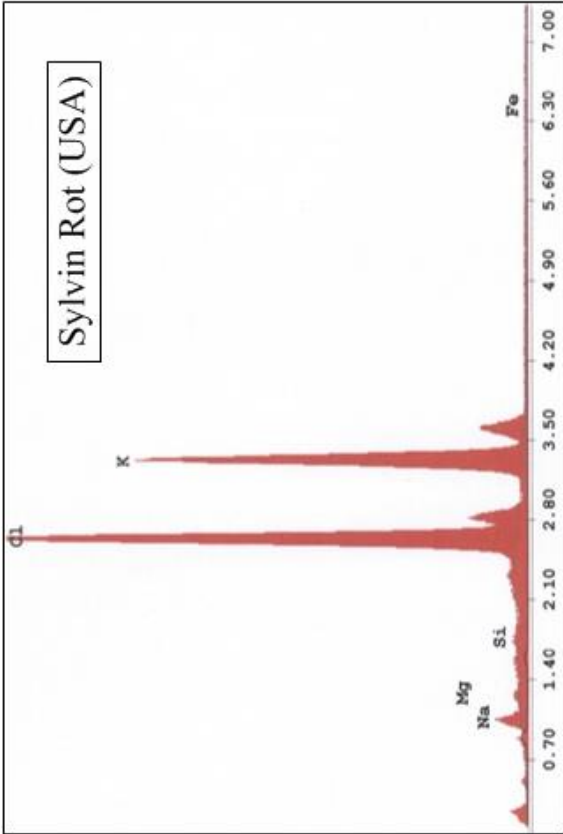
Anlage 3 : Skizzen verschiedener Walzenoberflächen für die Kompaktierung und Darstellungen der Presslinge: (a) glatt, (b) gewellt, (c) gerillt Steg auf Mulde, (d) gerillt Steg auf Steg, (e) gewaffelt [25]



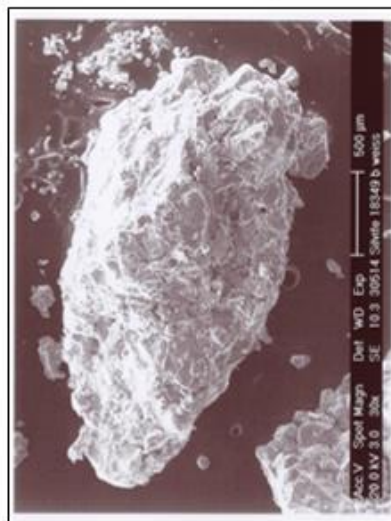
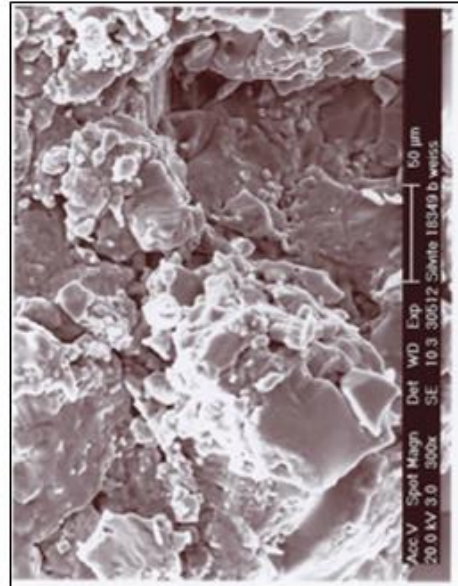
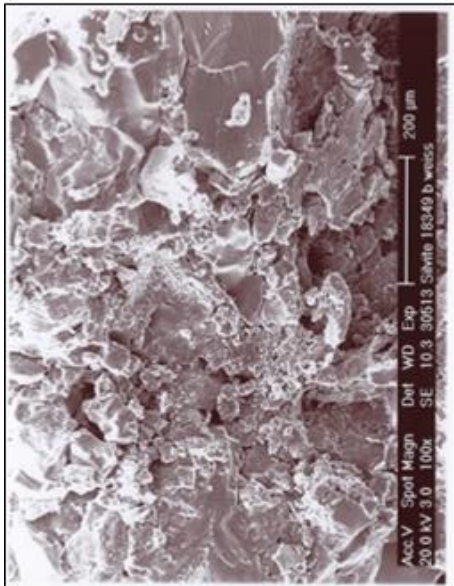
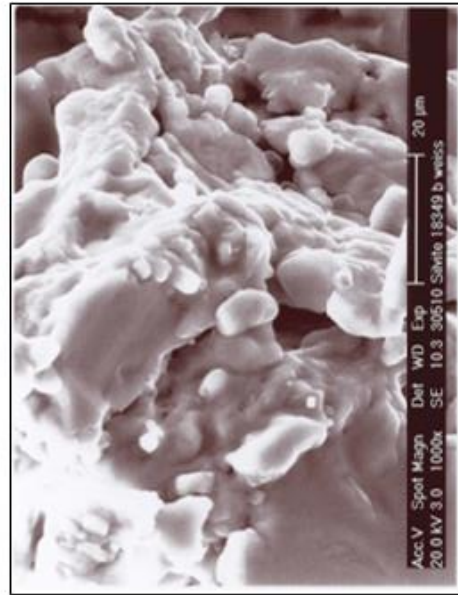
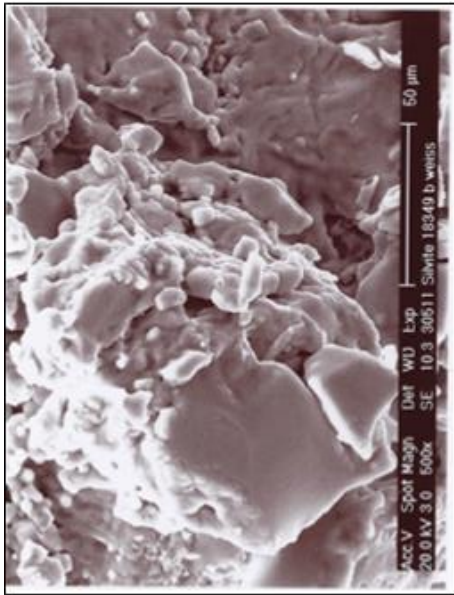
Anlage 4 : REM – Aufnahme der Oberfläche des einzelnen Kornes (Sylvin Rot (USA))

EDAX ZAF Quantification (Standardless)
Oxides
SEC Table : Default

Element	Wt , [%]	
	Sylvin Rot (USA)	Sylvin Weiß (USA)
Na ₂ O	5,22	1,98
MgO	0,97	-
SiO ₂	0,52	-
Cl ₂ O	48,06	51,49
K ₂ O	45,13	46,52
Fe ₂ O ₃	0,10	0,01
Total	100,00	100,00



Anlage 5 : Mittelwerte der REM-Analyse für das Salz Sylvin Rot (USA) sowie Sylvin Weiß (USA)



Anlage 6 : REM – Aufnahme der Oberfläche des einzelnen Kornes (Sylvin weiß (USA))

Röntgenphasenanalyse

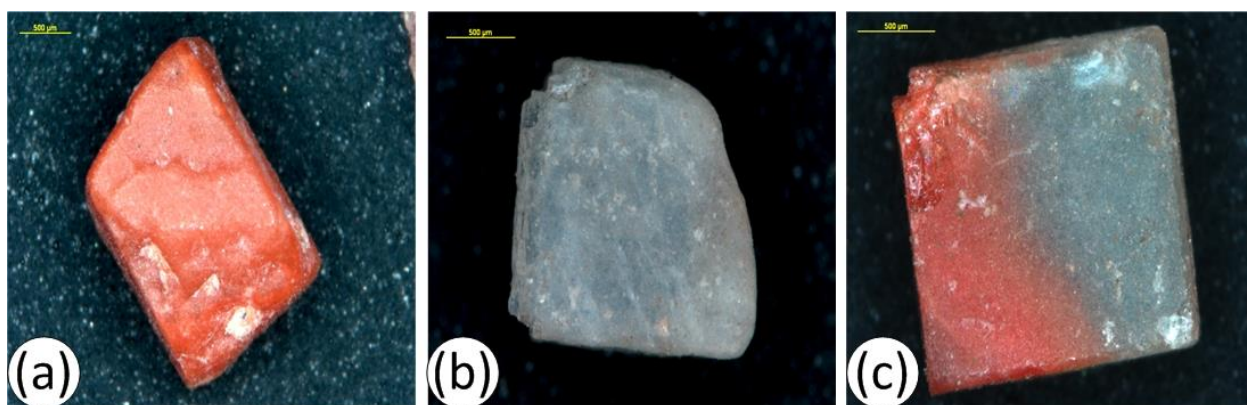
An den übergebenen 3 Proben des Sylvins Rot (USA) (rote, weiße und rot/weiße Körner) wurden quantitative Röntgenphasenanalysen mit dem Rietveld-Verfahren durchgeführt. Die Proben wurden im Achatmörser gepulvert und mit dem Röntgendiffraktometersystem URD-6 untersucht.

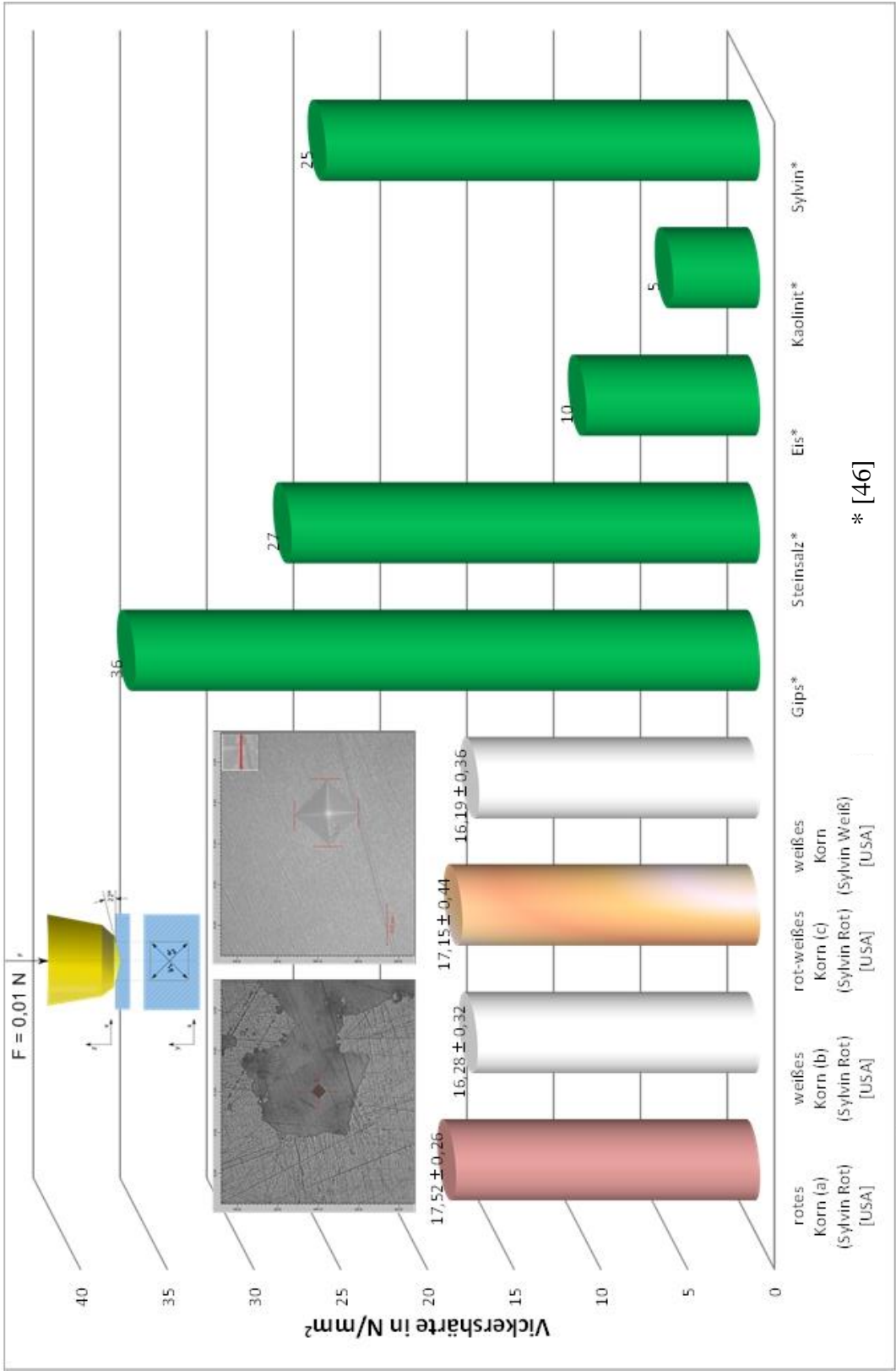
Die Nachweisgrenzen für kristalline Phasen liegen je nach Struktur und Matrix bei 0,1-4 Masse-%. Amorphe Anteile werden nicht erfasst. Die Ergebnisse wurden entsprechend der Fehlerintervalle gerundet.

Ergebnisse

Kornvariante	(a)	(b)	(c)
Sylvin	96,2	97,4	77,4
Halit	2,5	2,6	22,6
Anhydrit	1,2	n.n.	n.n.

n.n. – nicht nachweisbar





Anlage 8 : Ergebnisse der Härtebestimmung nach Vickers

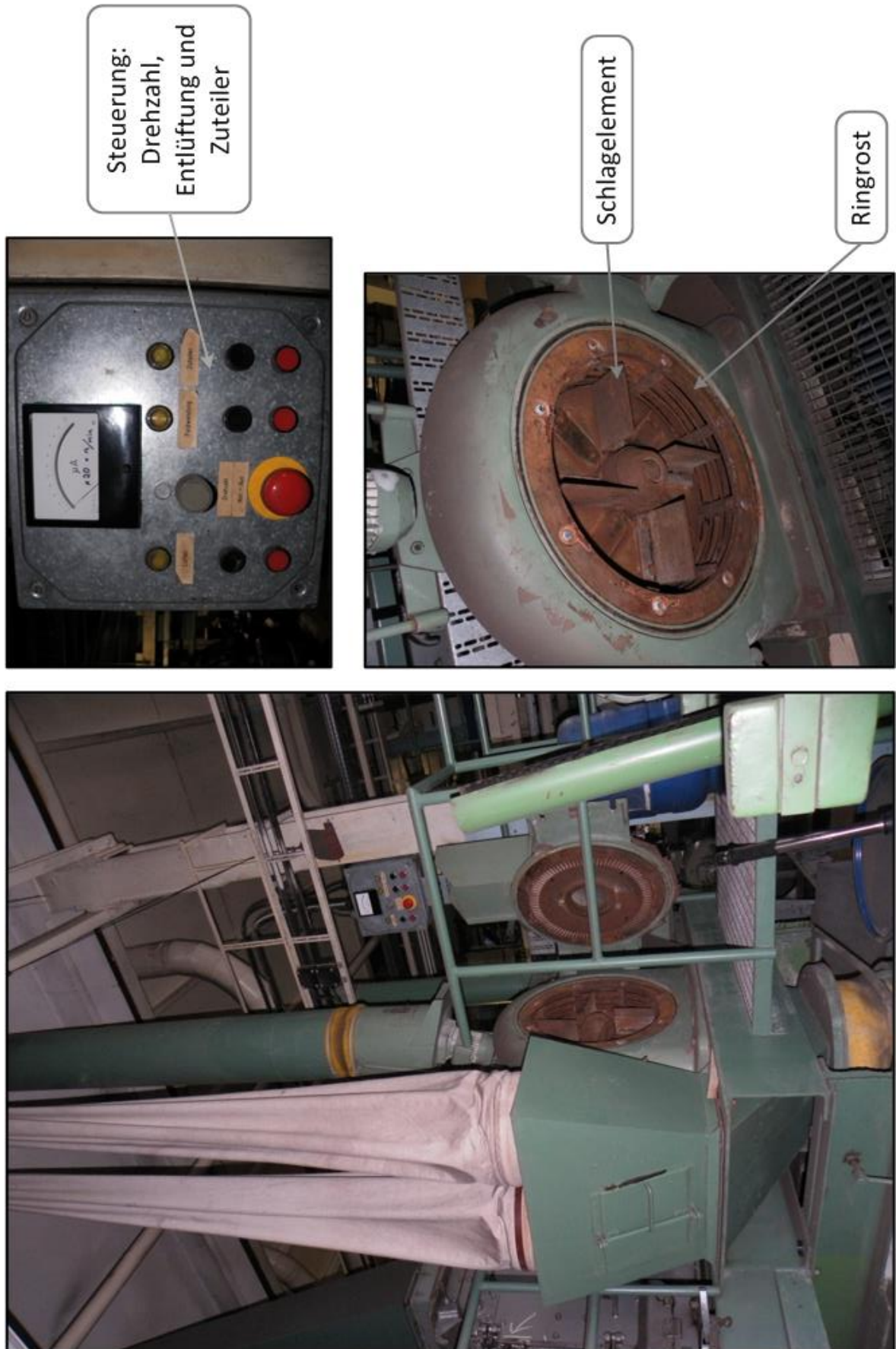
Probenart: Salz **Probenbez.:** 18349b
Proben-Nr. : 09-1401/01
Messzeitraum: 01.10.2009 bis 06.10.2009
18349b Sylvin Rot (USA)

Parameter	Verfahren	Messwert	Dim.	Bestim.-grenze
Amin	n. Silverstein-Methode*	n.n.	mg/kg TS	10
Kohlenwasserstoffe	DIN EN 14039	n.n.	mg/kg TS	99,9

* nicht akkreditierter Parameter

n.n. Messergebnis ist unterhalb Bestimmungsgrenze

Dim Dimension



Anlage 10 : Rotorflügelmühle Record C [45] für die Presslingszerkleinerung



Anlage 11 : Presslinge mit Standardformat ($\varnothing = 50$ mm, $h_p = 20$ mm) für Festigkeitsuntersuchungen,, hergestellt im Rahmen der Vorversuche unter Anwendung maximaler Faktorwerte ($p = 160$ MPa, $\vartheta_p = 140$ °C, $t_p = 6$ s)

Versuchs- Nr.	Mittelwerte der Zielgröße				Planimatrix				Hilfstable zur Berechnung der Haupteffekte, Wechselwirkungen und Modellkoeffizienten																Versuchs- Nr.																																																																																																																																																				
	Antwortmatrix				Matrixteil				X ₀	X ₁	X ₂	X ₃	X ₄	X ₁ ²	X ₂ ²	X ₃ ²	X ₄ ²	X ₁ X ₂	X ₁ X ₃	X ₁ X ₄	X ₂ X ₃	X ₂ X ₄	X ₃ X ₄	X ₁ ³		X ₂ ³	X ₃ ³	X ₄ ³	X ₁ ² X ₂	X ₁ ² X ₃	X ₁ ² X ₄	X ₂ ² X ₃	X ₂ ² X ₄	X ₃ ² X ₄	X ₁ X ₂ X ₃	X ₁ X ₂ X ₄	X ₁ X ₃ X ₄	X ₂ X ₃ X ₄	X ₁ ³ X ₂	X ₁ ³ X ₃	X ₁ ³ X ₄	X ₂ ³ X ₃	X ₂ ³ X ₄	X ₃ ³ X ₄	X ₁ ² X ₂ X ₃	X ₁ ² X ₂ X ₄	X ₁ ² X ₃ X ₄	X ₂ ² X ₃ X ₄	X ₃ ² X ₄	X ₁ X ₂ X ₃ X ₄	X ₁ ⁴	X ₂ ⁴	X ₃ ⁴	X ₄ ⁴	X ₁ ³ X ₂ X ₃ X ₄	X ₁ ³ X ₂ X ₃ X ₄	X ₁ ³ X ₂ X ₃ X ₄	X ₁ ³ X ₂ X ₃ X ₄	X ₁ ³ X ₂ X ₃ X ₄	X ₁ ³ X ₂ X ₃ X ₄	X ₁ ³ X ₂ X ₃ X ₄	X ₁ ³ X ₂ X ₃ X ₄	X ₁ ³ X ₂ X ₃ X ₄	X ₁ ³ X ₂ X ₃ X ₄	X ₁ ³ X ₂ X ₃ X ₄	X ₁ ³ X ₂ X ₃ X ₄	X ₁ ³ X ₂ X ₃ X ₄	X ₁ ³ X ₂ X ₃ X ₄	X ₁ ³ X ₂ X ₃ X ₄	X ₁ ³ X ₂ X ₃ X ₄	X ₁ ³ X ₂ X ₃ X ₄	X ₁ ³ X ₂ X ₃ X ₄	X ₁ ³ X ₂ X ₃ X ₄	X ₁ ³ X ₂ X ₃ X ₄	X ₁ ³ X ₂ X ₃ X ₄	X ₁ ³ X ₂ X ₃ X ₄	X ₁ ³ X ₂ X ₃ X ₄	X ₁ ³ X ₂ X ₃ X ₄	X ₁ ³ X ₂ X ₃ X ₄	X ₁ ³ X ₂ X ₃ X ₄	X ₁ ³ X ₂ X ₃ X ₄	X ₁ ³ X ₂ X ₃ X ₄	X ₁ ³ X ₂ X ₃ X ₄	X ₁ ³ X ₂ X ₃ X ₄	X ₁ ³ X ₂ X ₃ X ₄	X ₁ ³ X ₂ X ₃ X ₄	X ₁ ³ X ₂ X ₃ X ₄	X ₁ ³ X ₂ X ₃ X ₄	X ₁ ³ X ₂ X ₃ X ₄	X ₁ ³ X ₂ X ₃ X ₄	X ₁ ³ X ₂ X ₃ X ₄	X ₁ ³ X ₂ X ₃ X ₄	X ₁ ³ X ₂ X ₃ X ₄	X ₁ ³ X ₂ X ₃ X ₄	X ₁ ³ X ₂ X ₃ X ₄	X ₁ ³ X ₂ X ₃ X ₄	X ₁ ³ X ₂ X ₃ X ₄	X ₁ ³ X ₂ X ₃ X ₄	X ₁ ³ X ₂ X ₃ X ₄	X ₁ ³ X ₂ X ₃ X ₄	X ₁ ³ X ₂ X ₃ X ₄	X ₁ ³ X ₂ X ₃ X ₄	X ₁ ³ X ₂ X ₃ X ₄	X ₁ ³ X ₂ X ₃ X ₄	X ₁ ³ X ₂ X ₃ X ₄	X ₁ ³ X ₂ X ₃ X ₄	X ₁ ³ X ₂ X ₃ X ₄	X ₁ ³ X ₂ X ₃ X ₄	X ₁ ³ X ₂ X ₃ X ₄	X ₁ ³ X ₂ X ₃ X ₄	X ₁ ³ X ₂ X ₃ X ₄	X ₁ ³ X ₂ X ₃ X ₄	X ₁ ³ X ₂ X ₃ X ₄	X ₁ ³ X ₂ X ₃ X ₄	X ₁ ³ X ₂ X ₃ X ₄	X ₁ ³ X ₂ X ₃ X ₄	X ₁ ³ X ₂ X ₃ X ₄	X ₁ ³ X ₂ X ₃ X ₄	X ₁ ³ X ₂ X ₃ X ₄	X ₁ ³ X ₂ X ₃ X ₄	X ₁ ³ X ₂ X ₃ X ₄	X ₁ ³ X ₂ X ₃ X ₄	X ₁ ³ X ₂ X ₃ X ₄	X ₁ ³ X ₂ X ₃ X ₄	X ₁ ³ X ₂ X ₃ X ₄	X ₁ ³ X ₂ X ₃ X ₄	X ₁ ³ X ₂ X ₃ X ₄	X ₁ ³ X ₂ X ₃ X ₄	X ₁ ³ X ₂ X ₃ X ₄	X ₁ ³ X ₂ X ₃ X ₄	X ₁ ³ X ₂ X ₃ X ₄	X ₁ ³ X ₂ X ₃ X ₄	X ₁ ³ X ₂ X ₃ X ₄	X ₁ ³ X ₂ X ₃ X ₄	X ₁ ³ X ₂ X ₃ X ₄	X ₁ ³ X ₂ X ₃ X ₄	X ₁ ³ X ₂ X ₃ X ₄	X ₁ ³ X ₂ X ₃ X ₄	X ₁ ³ X ₂ X ₃ X ₄	X ₁ ³ X ₂ X ₃ X ₄	X ₁ ³ X ₂ X ₃ X ₄	X ₁ ³ X ₂ X ₃ X ₄	X ₁ ³ X ₂ X ₃ X ₄	X ₁ ³ X ₂ X ₃ X ₄	X ₁ ³ X ₂ X ₃ X ₄	X ₁ ³ X ₂ X ₃ X ₄	X ₁ ³ X ₂ X ₃ X ₄	X ₁ ³ X ₂ X ₃ X ₄	X ₁ ³ X ₂ X ₃ X ₄	X ₁ ³ X ₂ X ₃ X ₄	X ₁ ³ X ₂ X ₃ X ₄	X ₁ ³ X ₂ X ₃ X ₄	X ₁ ³ X ₂ X ₃ X ₄	X ₁ ³ X ₂ X ₃ X ₄	X ₁ ³ X ₂ X ₃ X ₄	X ₁ ³ X ₂ X ₃ X ₄	X ₁ ³ X ₂ X ₃ X ₄	X ₁ ³ X ₂ X ₃ X ₄	X ₁ ³ X ₂ X ₃ X ₄	X ₁ ³ X ₂ X ₃ X ₄	X ₁ ³ X ₂ X ₃ X ₄	X ₁ ³ X ₂ X ₃ X ₄	X ₁ ³ X ₂ X ₃ X ₄	X ₁ ³ X ₂ X ₃ X ₄	X ₁ ³ X ₂ X ₃ X ₄	X ₁ ³ X ₂ X ₃ X ₄	X ₁ ³ X ₂ X ₃ X ₄	X ₁ ³ X ₂ X ₃ X ₄	X ₁ ³ X ₂ X ₃ X ₄	X ₁ ³ X ₂ X ₃ X ₄	X ₁ ³ X ₂ X ₃ X ₄	X ₁ ³ X ₂ X ₃ X ₄	X ₁ ³ X ₂ X ₃ X ₄

Anlage 12 : Statistischer Versuchsplan (SVP Nr. 1) – Matrix und Zielgrößenwerte



Anlage 13 : Presslinge vor und nach der Biegefestigkeitsbestimmung

Nonlinear Regression

Dienstag, Oktober 19, 2010, 16:06:21

Data source: SVP Nr.1 mit n=4, alpha=1,414 in Regressionsanalyse Druckfestigkeit

[Parameters]

b0=78,21850

b1=-0,45500

b2=0,05480

b3=0,55090

b4=-29,07480

b12=0,00030

b13=-0,01900

b14=0,05530

b23=0,00980

b24=-0,01050

b34=-3,67940

b11=0,00210

b22=0,00002

b33=0,35500

b44=18,48240

[Variables]

x1=col(1)

x2=col(2)

x3=col(3)

x4=col(4)

y=col(5)

[Equation]

$$f = b_0 + b_1 \cdot x_1 + b_2 \cdot x_2 + b_3 \cdot x_3 + b_4 \cdot x_4 + b_{12} \cdot x_1 \cdot x_2 + b_{13} \cdot x_1 \cdot x_3 + b_{14} \cdot x_1 \cdot x_4 + b_{23} \cdot x_2 \cdot x_3 + b_{24} \cdot x_2 \cdot x_4 + b_{34} \cdot x_3 \cdot x_4 + b_{11} \cdot x_1^2 + b_{22} \cdot x_2^2 + b_{33} \cdot x_3^2 + b_{44} \cdot x_4^2$$

fit f to y

[Constraints]

[Options]

iterations=1000000

stepsize=0,0000001

tolerance=.0000000001

R = 0,954 Rsqr = 0,910 Adj Rsqr = 0,784

Standard Error of Estimate = 2,217

	Coefficient	Std. Error	t	P	VIF
b0	84,541	30,870	2,739	0,021	4846,767
b1	-0,482	0,409	-1,180	0,265	10583,954
b2	0,0395	0,265	0,149	0,884	5359,295
b3	0,538	2,869	0,188	0,855	617,542
b4	-29,934	16,173	-1,851	0,094	1213,256
b12	0,000274	0,000923	0,297	0,772	812,536
b13	-0,0190	0,0148	-1,285	0,228	203,634
b14	0,0567	0,0757	0,750	0,471	331,266
b23	0,00975	0,0111	0,881	0,399	138,294
b24	-0,0106	0,0568	-0,187	0,856	224,974
b34	-3,780	0,908	-4,165	0,002	56,386
b11	0,00220	0,00174	1,266	0,234	2665,619
b22	0,0000817	0,000980	0,0834	0,935	1285,673
b33	0,372	0,251	1,483	0,169	109,766
b44	18,945	6,392	2,964	0,014	239,175

Analysis of Variance:

	DF	SS	MS	F	P
Regression	14	498,061	35,576	7,238	0,002
Residual	10	49,154	4,915		
Total	24	547,215	22,801		

Normality Test: Failed (P = 0,008)

Constant Variance Test: Passed (P = 0,759)

Power of performed test with alpha = 0,050: 1,000

=====

Regression Diagnostics:

=====

Row	Predicted	Residual	Std. Res.
1	54,125	0,373	0,168
2	55,271	-0,813	-0,367
3	59,466	0,808	0,364
4	61,270	1,206	0,544
5	54,955	-1,874	-0,845
6	53,252	1,364	0,615
7	62,249	-0,0953	-0,0430
8	61,204	-2,288	-1,032
9	55,425	1,424	0,642
10	58,232	1,306	0,589
11	60,351	-0,156	-0,0702
12	63,817	1,004	0,453
13	47,022	0,0391	0,0176
14	46,980	-1,642	-0,741
15	53,901	-0,0234	-0,0106
16	54,518	0,866	0,391
17	53,289	-0,195	-0,0880
18	54,518	-0,555	-0,250
19	47,496	0,0298	0,0134
20	56,605	-0,779	-0,352
21	57,186	-3,493	-1,576
22	51,300	2,742	1,237
23	58,702	1,050	0,474
24	54,609	-1,821	-0,821
25	51,919	1,523	0,687

=====

Mathematisch-statistisches Modell

für das Kompaktierprozess des Kalisalzes (Sylvin Rot [USA])

$$\begin{aligned}
 y_1 &= \sigma_p(g_p, p, t_p, d) = 84,541 - 0,482g_p + 0,0395p + 0,538t_p - 29,934d + 0,0003g_p p - 0,019g_p t_p + 0,0567g_p d + \\
 &\quad + 0,0098pt_p - 0,0106pd - 3,780t_p d + 0,0022g_p^2 + 0,00008p^2 + 0,372t_p^2 + 18,945d^2 \\
 y_2 &= \rho_{Roh}(g_p, p, t_p, d) = 1,631 + 0,002g_p + 0,0028p + 0,0147t_p - 0,0479d - 0,000001g_p p - 0,00003g_p t_p + 0,00003g_p d + \\
 &\quad + 0,000006pt_p + 0,0002pd - 0,0021t_p d - 0,000007g_p^2 - 0,000009p^2 - 0,0011t_p^2 - 0,0023d^2 \\
 y_3 &= \sigma_{biege}(g_p, p, t_p, d) = 4,692 - 0,006g_p + 0,167p - 0,9038t_p - 5,094d + 0,0003g_p p + 0,0044g_p t_p + 0,0082g_p d + \\
 &\quad + 0,0016pt_p + 0,0038pd + 0,0925t_p d - 0,0001g_p^2 - 0,0001p^2 + 0,0456t_p^2 + 1,159d^2
 \end{aligned}$$

σ_p	- Presslingsdruckfestigkeit, [MPa]	g_p	- Presstemperatur, [°C]
ρ_{Roh}	- Presslingsrohddichte, [g/cm³]	p	- Pressdruck, [MPa]
σ_{biege}	- Presslingsbiegefestigkeit, [MPa]	t_p	- Pressdauer, [s]
		d	- Körnung des Pressgutes, [mm]

Nr.	Versuchsgruppe	Pressling			Umfangs- geschwindig- keit v_{um} , [m/s]	Granulatausbeute					MAX, [%]		MIN, [%]	
		Presslings- höhe, h_s [mm]	Biege- festigkeit σ_{biege} , [MPa]	Presslings- anzahl pro Versuch n_p		$\psi_{<1}$ [%]	ψ_{1-2} , [%]	ψ_{2-4} , [%]	$\psi_{>4}$, [%]	ψ_{1-4} , [%]				
1	1	≈20	7	5	5,0	83,0	0,0	5,1	12,0	5,1	83,0	$\psi_{<1}$	49,5	
2		≈20	7	5	10,0	68,7	0,0	8,4	22,9	8,4	0,0	ψ_{1-2}	0,0	
3		≈20	7	5	15,0	65,6	0,0	7,2	27,2	7,2	8,4	ψ_{2-4}	5,1	
4		≈20	7	5	22,5	49,5	0,0	7,5	43,0	7,5	43,0	$\psi_{>4}$	12,0	
5		≈20	7	5	27,5	79,7	0,0	7,1	13,2	7,1	8,4	ψ_{1-4}	5,1	
6	2	≈20	4,6	5	5,0	53,1	3,2	5,5	38,2	8,7	82,3	$\psi_{<1}$	53,1	
7		≈20	4,6	5	10,0	67,6	3,2	5,6	23,6	8,8	3,2	ψ_{1-2}	2,4	
8		≈20	4,6	5	15,0	74,5	3,1	4,7	17,7	7,8	5,6	ψ_{2-4}	4,1	
9		≈20	4,6	5	22,5	78,8	2,9	4,9	13,4	7,8	38,2	$\psi_{>4}$	11,1	
10		≈20	4,6	5	25,0	82,3	2,4	4,1	11,1	6,6	8,8	ψ_{1-4}	6,6	
11	3	≈20	2,2	5	2,5	77,6	0,0	4,2	18,2	4,2	96,8	$\psi_{<1}$	77,6	
12		≈20	2,2	5	5,0	82,7	0,0	3,4	13,9	3,4	0,0	ψ_{1-2}	0,0	
13		≈20	2,2	5	10,0	91,7	0,0	2,3	6,0	2,3	4,2	ψ_{2-4}	1,0	
14		≈20	2,2	5	22,5	96,8	0,0	1,0	2,2	1,0	18,2	$\psi_{>4}$	2,2	
15		≈20	2,2	5	25,0	96,5	0,0	1,0	2,4	1,0	4,2	ψ_{1-4}	1,0	
16	4	≈15	7	5	5,0	50,7	4,1	7,7	37,5	11,8	86,4	$\psi_{<1}$	50,7	
17		≈15	7	5	10,0	72,8	0,0	5,0	22,3	5,0	4,2	ψ_{1-2}	0,0	
18		≈15	7	5	15,0	77,9	0,0	6,0	16,1	6,0	7,7	ψ_{2-4}	4,3	
19		≈15	7	5	22,5	86,4	0,0	4,3	9,3	4,3	37,5	$\psi_{>4}$	9,3	
20		≈15	7	5	27,5	74,1	4,2	6,2	15,6	10,3	11,8	ψ_{1-4}	4,3	
21	5	≈15	4,6	5	5,0	57,7	3,0	5,6	33,7	8,6	81,3	$\psi_{<1}$	57,7	
22		≈15	4,6	5	10,0	62,5	3,1	5,4	29,0	8,5	3,7	ψ_{1-2}	2,8	
23		≈15	4,6	5	15,0	66,8	3,7	6,8	22,7	10,5	6,8	ψ_{2-4}	4,6	
24		≈15	4,6	5	22,5	81,3	2,8	4,6	11,4	7,4	33,7	$\psi_{>4}$	11,4	
25		≈15	4,6	5	27,5	76,6	3,2	5,7	14,5	8,9	10,5	ψ_{1-4}	7,4	
26	6	≈15	2,2	5	5,0	69,9	14,0	2,5	13,6	16,5	86,3	$\psi_{<1}$	69,9	
27		≈15	2,2	5	10,0	74,4	15,3	2,4	7,9	17,7	15,3	ψ_{1-2}	9,4	
28		≈15	2,2	5	15,0	78,1	11,8	2,5	7,6	14,3	2,5	ψ_{2-4}	1,2	
29		≈15	2,2	5	22,5	85,4	10,1	1,5	3,1	11,6	13,6	$\psi_{>4}$	3,1	
30		≈15	2,2	5	27,5	86,3	9,4	1,2	3,1	10,6	17,7	ψ_{1-4}	10,6	
31	7	≈10	7	5	15,0	55,0	5,7	10,4	29,0	16,0	74,0	$\psi_{<1}$	55,0	
32		≈10	7	5	22,5	63,0	5,7	8,3	23,0	13,9	6,1	ψ_{1-2}	5,3	
33		≈10	7	5	25,0	67,5	5,3	8,5	18,8	13,8	10,4	ψ_{2-4}	8,1	
34		≈10	7	5	30,0	74,0	6,1	8,1	11,8	14,2	29,0	$\psi_{>4}$	11,8	
35		≈10	7	5	35,0	73,9	6,0	8,2	11,9	14,2	16,0	ψ_{1-4}	13,8	
36	8	≈10	4,6	5	5,0	44,9	3,2	5,9	46,0	9,1	75,1	$\psi_{<1}$	44,9	
37		≈10	4,6	5	10,0	59,7	4,0	8,4	27,9	12,4	4,1	ψ_{1-2}	3,2	
38		≈10	4,6	5	15,0	68,8	3,9	6,8	20,5	10,7	8,4	ψ_{2-4}	5,7	
39		≈10	4,6	5	22,5	74,5	3,2	5,7	16,6	8,9	46,0	$\psi_{>4}$	14,4	
40		≈10	4,6	5	25,0	75,1	4,1	6,4	14,4	10,5	12,4	ψ_{1-4}	8,9	
41	9	≈10	2,2	5	5,0	65,2	15,0	3,6	16,2	18,6	85,5	$\psi_{<1}$	65,2	
42		≈10	2,2	5	10,0	72,1	12,9	3,8	11,3	16,6	15,0	ψ_{1-2}	9,1	
43		≈10	2,2	5	15,0	78,1	11,3	3,0	7,6	14,3	3,8	ψ_{2-4}	1,2	
44		≈10	2,2	5	22,5	85,5	11,0	1,2	2,3	12,2	16,2	$\psi_{>4}$	2,3	
45		≈10	2,2	5	25,0	84,8	9,1	1,6	4,5	10,8	18,6	ψ_{1-4}	10,8	
max						96,8	15,3	10,4	46,0	18,6				
min						44,9	0,0	1,0	2,2	1,0				

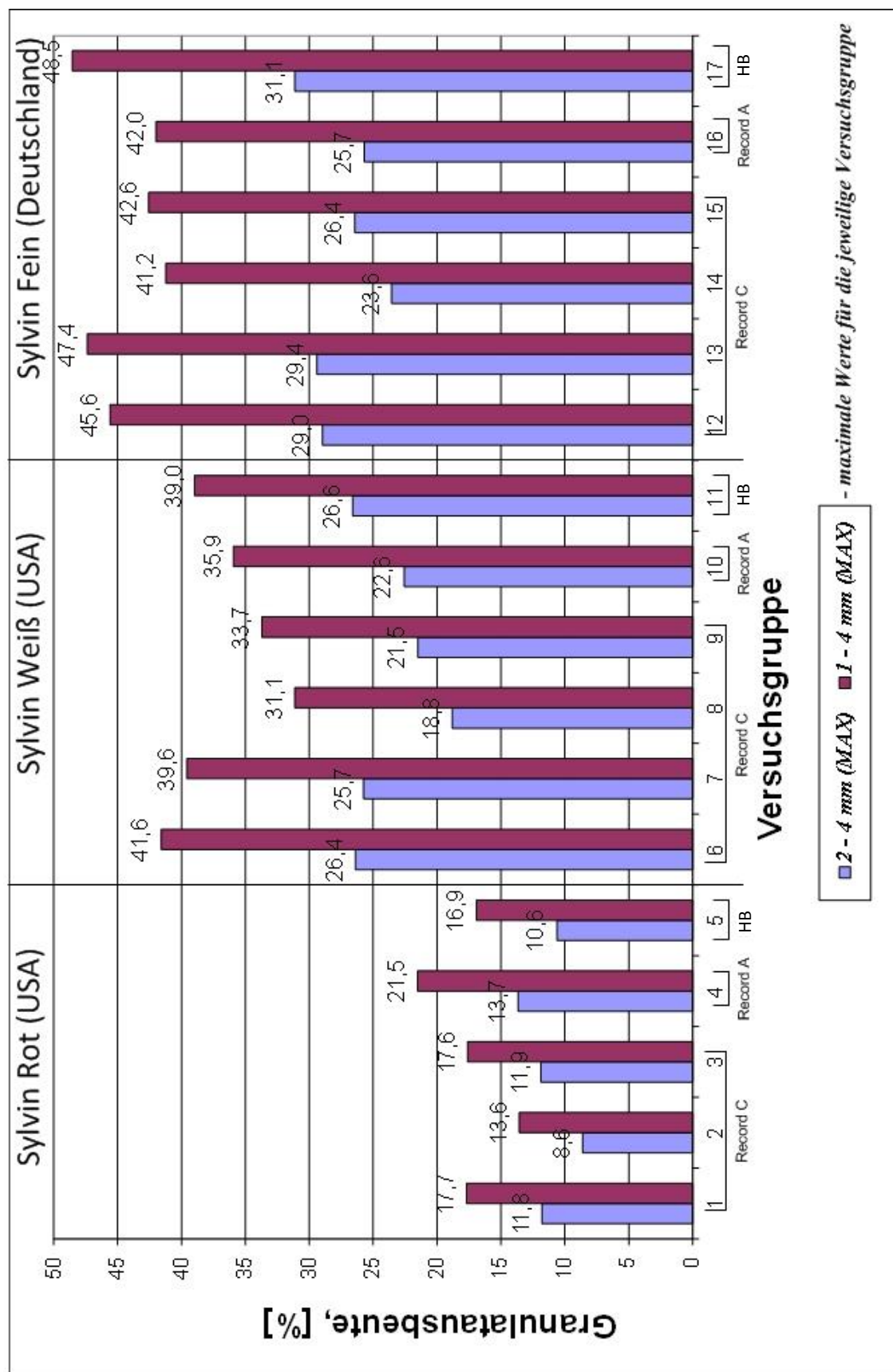
Anlage 17 : Versuchsprogramm und Ergebnisse des FP Nr. 1 für die Zerkleinerungsvorversuche mit der Rotorflügelmühle Record C, Presslinge aus Sylvin Rot (USA)

Nr.	Versuchsgruppe	Brechertyp	Rost spalt S _R , [mm]	Pressling			Flügel- anzahl	Rotor	Granulatausbeute					MAX, [%]		MIN, [%]	
				Salz	Höhe h _p , [mm]	Biege- festigkeit σ _{biege} , [MPa]			Presslings- anzahl pro Versuch n _p	Umfangs- geschwindi- keit v _{um} , [m/s]	ψ _{<1} [%]	ψ ₁₋₂ , [%]	ψ ₂₋₄ , [%]				ψ _{>4} , [%]
1	1	Record C	9	rot	≈10	7	5	2	7,5	79,5	5,9	11,8	22,7	17,7	79,5	ψ _{<1}	43,4
2									15,0	71,1	4,3	8,4	21,3	12,7	5,9	ψ ₁₋₂	2,9
3									20,0	61,0	4,0	8,9	21,2	13,0	11,8	ψ ₂₋₄	5,9
4									22,5	43,4	2,9	5,9	31,2	8,8	31,2	ψ _{>4}	16,5
5									25,0	71,9	3,8	7,8	16,5	11,6	17,7	ψ ₁₋₄	8,8
6	2	Record C	26	rot	≈10	7	5	4	17,5	30,7	2,9	5,7	60,7	8,6	49,6	ψ _{<1}	30,7
7									20,0	49,6	3,8	6,6	40,0	10,4	5,0	ψ ₁₋₂	2,9
8									22,5	42,4	4,7	8,3	44,7	13,0	8,6	ψ ₂₋₄	5,7
9									25,0	46,4	4,9	7,1	41,5	12,1	60,7	ψ _{>4}	38,2
10									27,5	48,2	5,0	8,6	38,2	13,6	13,6	ψ ₁₋₄	8,6
11	3	Record C	26	rot	≈10	7	5	2	20,0	34,2	4,0	10,6	51,2	14,6	58,5	ψ _{<1}	34,2
12									22,5	50,9	3,2	6,5	39,4	9,7	5,7	ψ ₁₋₂	3,2
13									25,0	36,5	3,5	7,8	52,1	11,4	11,9	ψ ₂₋₄	6,5
14									30,0	52,7	5,7	11,9	29,7	17,6	52,1	ψ _{>4}	27,1
15									32,5	58,5	4,9	9,5	27,1	14,4	17,6	ψ ₁₋₄	9,7
16	4	Record A	8	rot	≈10	7	5	8	10,1	35,0	6,4	13,7	44,9	20,1	57,1	ψ _{<1}	35,0
17									12,4	41,1	6,6	12,3	40,0	18,9	8,2	ψ ₁₋₂	6,4
18									14,6	45,8	7,3	12,5	34,4	19,8	13,7	ψ ₂₋₄	11,0
19									17,4	55,2	7,4	11,0	26,4	18,4	44,9	ψ _{>4}	21,4
20									20,2	57,1	8,2	13,3	21,4	21,5	21,5	ψ ₁₋₄	18,4
21	5	HB	14 (Lochbl ech)	rot	≈10	7	10	-	10,4	69,3	6,3	10,6	13,7	16,9	86,1	ψ _{<1}	69,3
22									12,1	73,4	6,2	10,3	10,0	16,5	6,3	ψ ₁₋₂	3,5
23									15,0	79,8	5,2	7,1	8,0	12,3	10,6	ψ ₂₋₄	7,1
24									17,3	79,5	6,0	7,5	7,0	13,5	13,7	ψ _{>4}	3,1
25									22,5	86,1	3,5	7,2	3,1	10,8	16,9	ψ ₁₋₄	10,8
26	6	Record C	9	weiß	≈10	7	5	4	15,0	21,4	10,8	26,4	41,4	37,2	40,7	ψ _{<1}	21,4
27									22,5	30,3	13,0	23,7	33,1	36,6	16,5	ψ ₁₋₂	10,8
28									25,0	33,7	14,2	24,9	27,1	39,1	26,4	ψ ₂₋₄	22,2
29									30,0	35,6	16,5	25,1	22,8	41,6	41,4	ψ _{>4}	21,1
30									32,5	40,7	16,0	22,2	21,1	38,2	41,6	ψ ₁₋₄	36,6
31	7	Record C	9	weiß	≈10	7	5	2	17,5	22,0	10,2	25,0	42,8	35,2	34,9	ψ _{<1}	22,0
32									20,0	28,6	11,1	25,5	34,8	36,6	13,9	ψ ₁₋₂	10,2
33									22,5	32,4	13,8	25,7	28,0	39,6	25,7	ψ ₂₋₄	23,5
34									25,0	32,9	13,4	25,3	28,5	38,6	42,8	ψ _{>4}	27,7
35									27,5	34,9	13,9	23,5	27,7	37,4	39,6	ψ ₁₋₄	35,2
36	8	Record C	26	weiß	≈10	7	5	4	20,0	22,3	7,6	12,5	57,6	20,1	38,0	ψ _{<1}	22,1
37									22,5	29,5	9,6	16,6	44,3	26,2	12,3	ψ ₁₋₂	7,4
38									25,0	22,1	7,4	14,3	56,2	21,7	18,8	ψ ₂₋₄	12,5
39									30,0	31,7	11,6	17,2	39,5	28,8	57,6	ψ _{>4}	30,9
40									35,0	38,0	12,3	18,8	30,9	31,1	31,1	ψ ₁₋₄	20,1
41	9	Record C	26	weiß	≈10	7	5	2	17,5	11,9	5,1	12,8	70,2	17,9	35,2	ψ _{<1}	11,9
42									22,5	22,4	9,9	18,5	49,2	28,4	12,9	ψ ₁₋₂	5,1
43									25,0	21,3	9,5	18,9	50,3	28,4	21,5	ψ ₂₋₄	12,8
44									30,0	28,6	11,5	21,5	38,5	33,0	70,2	ψ _{>4}	31,1
45									35,0	35,2	12,9	20,8	31,1	33,7	33,7	ψ ₁₋₄	17,9

Anlage 18 : Versuchsprogramm und Ergebnisse des FP Nr. 2 für die Zerkleinerungsvorversuche

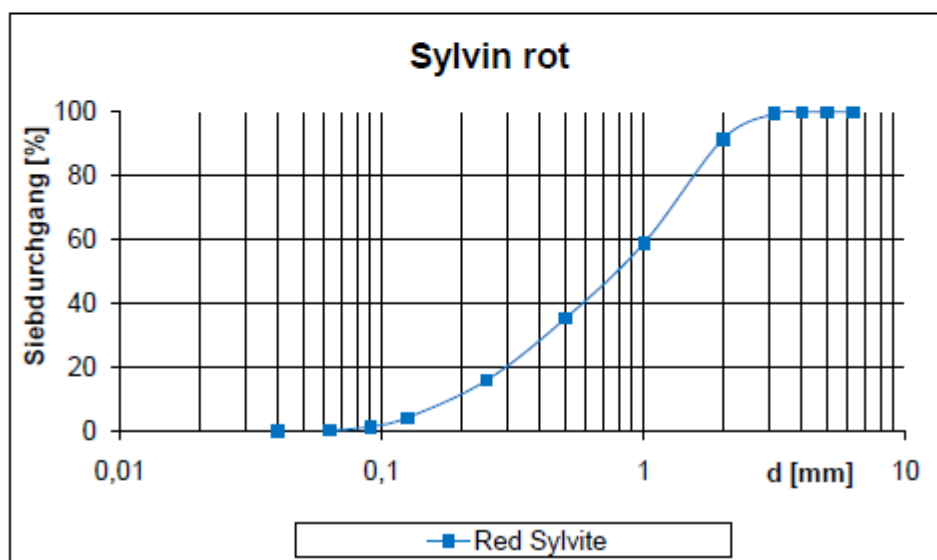
Nr.	Versuchsgruppe	Brechertyp	Rost spalt S _R , [mm]	Pressling			Presslings- anzahl pro Versuch n _p	Flügel- anzahl	Rotor Umfangs- geschwindig- keit v _{um} [m/s]	Granulatausbeute					MAX, [%]		MIN, [%]	
				Salz	Höhe h _p , [mm]	Biege- festigkeit σ _{biege} , [MPa]				ψ _{<1} [%]	ψ ₁₋₂ , [%]	ψ ₂₋₄ , [%]	ψ _{>4} , [%]	ψ ₁₋₄ , [%]				
46	10	Record A	8	weiß	≈10	7	5	8	10,1	22,1	9,0	18,9	50,1	27,9	29,1	ψ _{<1}	22,1	
47									12,4	25,7	8,6	17,6	48,2	26,2	13,5	ψ ₁₋₂	8,6	
48									14,6	25,0	10,3	20,0	44,7	30,3	22,6	ψ ₂₋₄	17,6	
49									17,4	23,7	12,4	22,6	41,3	35,0	50,1	ψ _{>4}	35,0	
50									20,2	29,1	13,5	22,4	35,0	35,9	35,9	ψ ₁₋₄	26,2	
51	11	HB	14 (Lochbl ech)	weiß	≈10	7	10	-	10,4	40,6	9,1	22,5	27,8	31,6	45,9	ψ _{<1}	38,9	
52									11,5	44,2	9,3	20,9	25,6	30,2	14,4	ψ ₁₋₂	9,1	
53									12,7	38,9	12,4	26,6	22,1	39,0	26,6	ψ ₂₋₄	20,9	
54									13,9	43,3	13,8	25,0	18,0	38,7	27,8	ψ _{>4}	16,0	
55									15,0	45,9	14,4	23,6	16,0	38,0	39,0	ψ ₁₋₄	30,2	
56	12	Record C	9	fein	≈10	7	5	4	15,0	14,3	11,7	26,7	47,3	38,4	30,1	ψ _{<1}	14,3	
57									22,5	23,9	15,4	28,9	31,8	44,3	18,4	ψ ₁₋₂	11,7	
58									25,0	24,3	16,6	29,0	30,1	45,6	29,0	ψ ₂₋₄	26,0	
59									27,5	26,5	17,3	26,4	29,8	43,7	47,3	ψ _{>4}	25,5	
60									30,0	30,1	18,4	26,0	25,5	44,4	45,6	ψ ₁₋₄	38,4	
61	13	Record C	9	fein	≈10	7	5	2	17,5	15,5	12,1	27,8	44,5	40,0	30,0	ψ _{<1}	15,5	
62									22,5	19,1	14,8	26,1	40,0	40,9	18,2	ψ ₁₋₂	12,1	
63									25,0	23,0	15,8	27,9	33,3	43,7	29,4	ψ ₂₋₄	26,1	
64									30,0	28,2	18,0	29,4	24,5	47,4	44,5	ψ _{>4}	24,5	
65									35,0	30,0	18,2	27,1	24,8	45,3	47,4	ψ ₁₋₄	40,0	
66	14	Record C	26	fein	≈10	7	5	4	20,0	11,9	7,6	12,7	67,8	20,2	28,7	ψ _{<1}	11,9	
67									22,5	15,4	11,7	19,7	53,1	31,4	17,7	ψ ₁₋₂	7,6	
68									25,0	17,0	12,0	19,7	51,3	31,7	23,6	ψ ₂₋₄	12,7	
69									30,0	22,1	14,6	21,4	41,9	36,0	67,8	ψ _{>4}	30,1	
70									35,0	28,7	17,7	23,6	30,1	41,2	41,2	ψ ₁₋₄	20,2	
71	15	Record C	26	fein	≈10	7	5	2	22,5	12,8	10,6	20,8	55,8	31,5	27,5	ψ _{<1}	12,8	
72									25,0	19,1	13,3	23,3	44,2	36,7	16,1	ψ ₁₋₂	10,6	
73									27,5	20,9	13,8	25,2	40,1	39,0	26,4	ψ ₂₋₄	20,8	
74									30,0	22,7	14,8	25,3	37,1	40,2	55,8	ψ _{>4}	30,0	
75									32,5	27,5	16,1	26,4	30,0	42,6	42,6	ψ ₁₋₄	31,5	
76	16	Record A	8	fein	≈10	7	5	8	10,1	12,1	9,7	20,9	57,4	30,5	24,6	ψ _{<1}	12,1	
77									12,4	14,7	11,7	21,4	52,2	33,1	16,3	ψ ₁₋₂	9,7	
78									14,6	17,0	12,9	24,4	45,8	37,3	25,7	ψ ₂₋₄	20,9	
79									17,4	18,1	14,0	25,7	42,3	39,7	57,4	ψ _{>4}	33,4	
80									20,2	24,6	16,3	25,7	33,4	42,0	42,0	ψ ₁₋₄	30,5	
81	17	HB	14 (Lochbl ech)	fein	≈10	7	10	-	10,4	21,7	13,1	28,6	36,6	41,7	33,7	ψ _{<1}	20,6	
82									11,5	20,6	12,6	29,3	37,5	41,9	18,7	ψ ₁₋₂	12,6	
83									12,7	26,5	15,8	31,1	26,5	47,0	31,1	ψ ₂₋₄	28,6	
84									13,9	31,5	17,3	29,0	22,1	46,3	37,5	ψ _{>4}	17,8	
85									15,0	33,7	18,7	29,8	17,8	48,5	48,5	ψ ₁₋₄	41,7	
									max	86,1	18,7	31,1	70,2	48,5				
									min	11,9	2,9	5,7	3,1	8,6				

Anlage 19 : Versuchsprogramm und Ergebnisse des FP Nr. 2 für die Zerkleinerungsvorversuche (Fortsetzung)



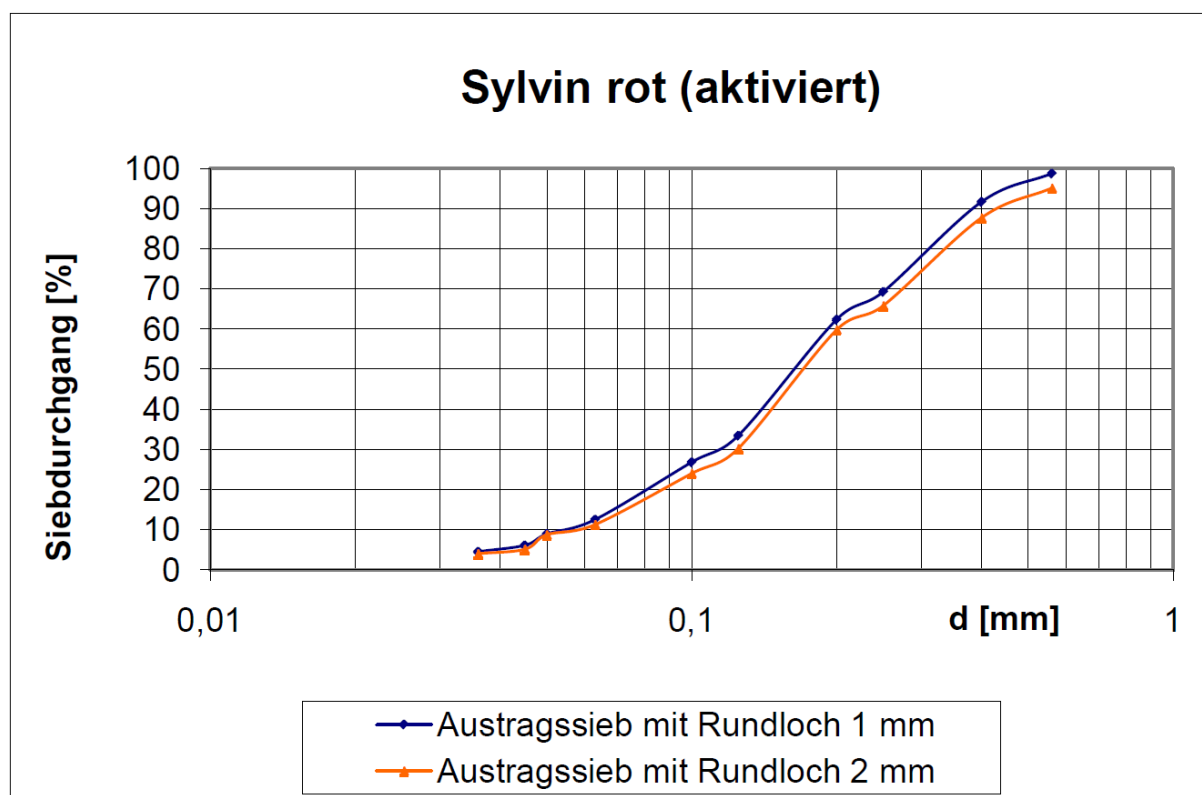
Anlage 20 : Maximalwerte der Granulatausbeute (FP Nr. 2)

Aufgabekörnung in mm	Masse in g	Masseanteil in %	R(x) in %	D(x) in %
> 6,3		0,00	0,00	100,00
6,3 - 5	0,2	0,01	0,01	99,99
5 - 4	0,9	0,06	0,07	99,93
4 - 3,15	7,8	0,50	0,57	99,43
3,15 - 2	124,1	7,98	8,56	91,44
2 - 1	504,7	32,47	41,02	58,98
1 - 0,5	367,2	23,62	64,64	35,36
0,5 - 0,25	301,0	19,36	84,01	15,99
0,25 - 0,125	180,6	11,62	95,63	4,37
0,125 - 0,09	44,5	2,86	98,49	1,51
0,09 - 0,063	17,1	1,10	99,59	0,41
0,063 - 0,04	1,1	0,07	99,66	0,34
0,04 >	5,3	0,34	100,00	0,00
	1554,5	100,00		
d 20 in mm		0,30		
d 50 in mm		0,81		
d 80 in mm		1,65		



Anlage 21 : Korngrößenanalyse, Sylvin Rot (USA), unaktiviert

			Rundloch 1 mm				Rundloch 2 mm			
Aufgabekörnung in mm			Masse in g	Masseanteil in %	R(x)in %	D(x)in %	Masse in g	Masseanteil in %	R(x)in %	D(x)in %
				0,00	0,00	100,00		0,00	0,00	100,00
	>	0,56	6,4	1,29	1,29	98,71	22,0	4,96	4,96	95,04
0,56	-	0,4	34,8	7,08	8,38	91,62	32,8	7,41	12,37	87,63
0,4	-	0,25	110,0	22,38	30,76	69,24	96,8	21,86	34,23	65,77
0,25	-	0,2	34,0	6,92	37,67	62,33	26,7	6,03	40,26	59,74
0,2	-	0,125	142,0	28,88	66,56	33,44	130,5	29,48	69,74	30,26
0,125	-	0,1	32,6	6,63	73,18	26,82	27,6	6,25	75,98	24,02
0,1	-	0,063	70,3	14,29	87,47	12,53	56,3	12,71	88,69	11,31
0,063	-	0,05	17,6	3,59	91,06	8,94	11,3	2,55	91,24	8,76
0,05	-	0,045	13,9	2,82	93,89	6,11	15,9	3,60	94,85	5,15
0,045	-	0,036	7,8	1,58	95,47	4,53	4,8	1,09	95,94	4,06
0,036	>		22,3	4,53	100,00	0,00	18,0	4,06	100,00	0,00
			491,6	100,00			442,6	100,00		
		d 20 in mm		0,08				0,09		
		d 50 in mm		0,17				0,18		
		d 80 in mm		0,32				0,35		



Nr.	Versuchsgruppe	Mühlentyp für die Presslingszerkleinerung	Vorzerkleinerung mit der Schlagnasenmühle	Rost-spalt S_R , [mm]	Pressling			Rotor		Garnulatausbeute					MAX, [%]		MIN, [%]		
					Salz	Höhe h_1 , [mm]	Biege-festig-keit σ_{biege} , [MPa]	Presslingsanzahl pro Versuch, n_p	Flügelanzahl	Umfangs-geschwindigkeit v_{um} , [m/s]	$\psi_{<1}$, [%]	ψ_{1-2} , [%]	ψ_{2-4} , [%]	$\psi_{>4}$, [%]				ψ_{1-4} , [%]	
1	1	Record C d = 1 mm		26	rot	≈ 10	5,6	5	4	22,5	22,3	6,0	13,3	58,4	19,3	17,9	ψ_{2-4}	13,3	
2								4		25,0	35,9	9,0	16,9	38,1	25,9	28,0	ψ_{1-4}	19,3	
3								4		30,0	37,2	10,0	17,9	34,9	28,0	58,4	$\psi_{>4}$	34,9	
4	2	Record A d = 1 mm		8	rot	≈ 10	5,6	5	8	16,1	35,5	9,6	20,9	34,0	30,5	20,9	ψ_{2-4}	20,7	
5										21,4	45,8	10,7	20,7	22,9	31,4	31,4	ψ_{1-4}	30,5	
																34,0	$\psi_{>4}$	22,9	
6	3	Record C d = 2 mm		26	rot	≈ 10	6,2	5	4	22,5	27,4	7,9	15,7	49,0	23,6	18,6	ψ_{2-4}	15,7	
7											25,0	29,6	8,5	18,0	43,9	26,5	29,0	ψ_{1-4}	23,6
8											30,0	33,3	10,4	18,6	37,7	29,0	49,0	$\psi_{>4}$	37,7
9	4	Record A d = 2 mm		8	rot	≈ 10	6,2	5	8	16,1	35,1	9,7	22,6	32,6	32,3	22,6	ψ_{2-4}	22,2	
10										21,4	38,7	10,6	22,2	28,5	32,8	32,8	ψ_{1-4}	32,3	
																32,6	$\psi_{>4}$	28,5	

Anlage 23 : Faktorplan Nr. 3 für die Zerkleinerungsvorversuche (Aktivierungsmahlung mit Schlagnasenmühle)

Nr.	Versuchsgruppe	Spalteinstellung bei der Vorzerkleinerung mit der Scheibenmühle, [Umdr.]	Mühlentyp	Rost spalt S_R , [mm]	Pressling				Rotor		Garnulatausbeute					MAX, [%]		MIN, [%]
					Salz	Höhe h , [mm]	Biegefestigkeit σ_{biege} , [MPa]	Presslingsanzahl pro Versuch n_p	Flügelanzahl	Umfangsgeschwindigkeit v_{um} , [m/s]	$\psi_{<1}$, [%]	ψ_{1-2} , [%]	ψ_{2-4} , [%]	$\psi_{>4}$, [%]	ψ_{1-4} , [%]			
1	1	1/4	Record C	26	rot	≈ 10	7	5	4	15,0	33,3	5,1	6,8	54,7	12,0	62,2	$\psi_{<1}$	31,6
2										20,0	31,6	4,9	4,9	58,6	9,8	8,2	ψ_{1-2}	4,9
3										22,5	52,6	7,2	7,1	33,1	14,4	8,3	ψ_{2-4}	4,9
4										25,0	50,8	7,4	8,3	33,5	15,7	15,7	ψ_{1-4}	9,8
5										30,0	62,2	8,2	7,5	22,1	15,7	58,6	$\psi_{>4}$	22,1
6	2	1/4	Record A	8	rot	≈ 10	7	5	8	10,1	49,0	9,4	11,8	29,9	21,1	64,4	$\psi_{<1}$	49,0
7										12,4	52,8	9,1	11,0	27,1	20,1	10,1	ψ_{1-2}	9,1
8										14,6	52,2	9,8	12,6	25,4	22,4	12,6	ψ_{2-4}	11,0
9										17,4	58,6	9,8	11,8	19,9	21,6	22,4	ψ_{1-4}	20,1
10										20,2	64,4	10,1	11,0	14,6	21,0	29,9	$\psi_{>4}$	14,6
11	3	0	Record C	26	rot	≈ 10	7	5	4	15,0	27,4	4,7	8,7	59,1	13,5	43,2	$\psi_{<1}$	27,4
12										20,0	30,4	4,5	8,6	56,6	13,1	7,2	ψ_{1-2}	4,5
13										22,5	33,9	6,4	11,9	47,9	18,2	12,7	ψ_{2-4}	8,6
14										25,0	34,6	7,2	12,5	45,7	19,6	19,6	ψ_{1-4}	13,1
15										30,0	43,2	6,9	12,7	37,2	19,6	59,1	$\psi_{>4}$	37,2
16	4	0	Record A	8	rot	≈ 10	7	5	8	10,1	34,6	7,1	16,3	42,0	23,4	50,3	$\psi_{<1}$	34,6
17										12,4	36,9	8,2	17,1	37,8	25,3	9,0	ψ_{1-2}	7,1
18										14,6	39,9	8,6	18,2	33,2	26,8	18,2	ψ_{2-4}	15,7
19										17,4	48,6	9,0	15,9	26,6	24,8	26,8	ψ_{1-4}	23,4
20										20,2	50,3	8,8	15,7	25,3	24,5	42,0	$\psi_{>4}$	25,3

Anlage 24 : Faktorplan Nr. 4 für die Zerkleinerungsvorversuche (Aktivierungsmahlung mit Scheibenmühle)

Versuchs-Nr.	Mittelwerte der Zielgröße			Matrixteil	Planmatrix			Hilfstable zur Berechnung der Haupteffekte, Wechselwirkungen und Modellkoeffizienten												Versuchs-Nr.					
	Antwortmatrix				X_0	X_1	X_2	X_3	X_1^2	X_2^2	X_3^2	$X_1 X_2$	$X_1 X_3$	$X_2 X_3$	$(X_1, 2, 0, 73)$	$(X_2, 2, 0, 73)$	$(X_3, 2, 0, 73)$								
	y_1 σ_p [MPa]	y_2 ρ_{oth} (nach Arch. Prüfung) [g/cm³]	y_3 σ_{Biege} [MPa]																						
1	56,686	1,910	4,640	Würfelpunktversuche ($N=1$)	85,30	87,10	1,4	1	-1	-1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1					
2	57,544	1,890	4,031		134,70	87,10	1,4	1	-1	-1	1	1	1	1	-1	-1	-1	-1	-1	2					
3	66,147	1,940	4,362		85,30	152,90	1,4	1	1	1	-1	1	1	1	-1	-1	-1	-1	-1	3					
4	61,953	1,940	5,435		134,70	152,90	1,4	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	4					
5	55,617	1,890	4,910	Sternpunktversuche ($\alpha=1,215$)	85,30	87,10	5,6	1	-1	-1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	5					
6	52,886	1,860	3,553		134,70	87,10	5,6	1	1	-1	1	1	1	1	-1	-1	-1	-1	-1	6					
7	65,176	1,950	5,173		85,30	152,90	5,6	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	7					
8	61,319	1,960	6,745		134,70	152,90	5,6	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	8					
9	63,455	1,930	5,333	N_0	80,00	120,00	3,50	1	-1,215	0	0	0	1,476	0	0	0	0	0	0	9					
10	61,367	1,930	6,423		140,00	120,00	3,50	1	1,215	0	0	0	1,476	0	0	0	0	0	0	10					
11	56,394	1,890	4,556		110,00	80,00	3,50	1	0	-1,215	0	0	0	1,476	0	0	0	-0,730	0,746	11					
12	64,761	1,940	5,534		110,00	160,00	3,50	1	0	1,215	0	0	0	1,476	0	0	0	-0,730	0,746	12					
13	62,099	1,930	5,612		110,00	120,00	1,00	1	0	0	-1,215	0	0	0	1,476	0	0	-0,730	0,746	13					
14	61,097	1,930	5,954		110,00	120,00	6,00	1	0	0	1,215	0	0	0	1,476	0	0	-0,730	0,746	14					
15	61,244	1,920	6,000		110,00	120,00	3,50	1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	-0,730	-0,730	15					
					Summe			15	0	0	0	10,952	10,952	10,952	10,952	4,361	4,361	4,361	0	0	0	Σ			
					Summe d. Quadrate			25	10,952	10,952	10,952	10,952	4,361	4,361	4,361	4,361	4,361	8	8	8	8				
					\bar{y}				b_1	b_2	b_3					b_{12}	b_{13}	b_{23}	b_{33}	b_0					
Matrix der Koeffizienten					y_1			60,5	-1,1378	3,8374	-0,7806					-0,7722	-0,4066	0,5150	-0,2431	-1,4843	-0,7933	62,3564			
					y_2			1,921	-0,0037	0,0275	-0,0018								0,0075	0,0000	0,0100	0,0016	-0,0086	0,0016	1,9246
					y_3			5,2	0,1830	0,5267	0,2126								0,5764	-0,0312	0,2910	-0,2126	-0,7763	-0,2767	6,1413

Matrix der
Koeffizienten

Anlage 25 : Statistischer Versuchsplan (SVP Nr. 2) – Matrix

Nonlinear Regression

Donnerstag, Mai 20, 2010, 08:30:41

Data source: Data 1 in Regressionsanalyse Druckfestigkeit_SVP_2

[Parameters]

b0=17,3378216787
 b1=0,1836479223
 b2=0,523120771125
 b3=0,9002832156
 b12=-0,0009499507875
 b13=-0,0080031078
 b23=0,00760255875
 b11=-0,000398744775
 b22=-0,0013694754796875
 b33=-0,1873742868

[Variables]

x1=col(1)
 x2=col(2)
 x3=col(3)
 y=col(4)

[Equation]

$$f = b_0 + b_1 \cdot x_1 + b_2 \cdot x_2 + b_3 \cdot x_3 + b_{12} \cdot x_1 \cdot x_2 + b_{13} \cdot x_1 \cdot x_3 + b_{23} \cdot x_2 \cdot x_3 + b_{11} \cdot x_1^2 + b_{22} \cdot x_2^2 + b_{33} \cdot x_3^2$$

fit f to y

[Constraints]

[Options]

iterations=100
 stepsize=100
 tolerance=.00001

R = 0,986

Rsqr = 0,972

Adj Rsqr = 0,923

Standard Error of Estimate = 1,076

	Coefficient	Std. Error	t	P	VIF
b0	14,908	13,957	1,068	0,334	2523,013
b1	0,189	0,196	0,962	0,380	6265,252
b2	0,527	0,127	4,149	0,009	3180,296
b3	0,950	1,345	0,706	0,512	361,607
b12	-0,000950	0,000468	-2,029	0,098	541,097
b13	-0,00784	0,00734	-1,069	0,334	134,960
b23	0,00745	0,00551	1,354	0,234	92,111
b11	-0,000425	0,000845	-0,503	0,636	1656,366
b22	-0,00138	0,000476	-2,911	0,033	811,305
b33	-0,194	0,119	-1,626	0,165	73,626

Analysis of Variance:

	DF	SS	MS	F	P
Regression	9	203,817	22,646	19,555	0,002
Residual	5	5,791	1,158		
Total	14	209,608	14,972		

PRESS = 60,306

Durbin-Watson Statistic = 1,925

Anlage 26 : SygmaSTAT – Protokoll nichtlinearer Regressionsanalyse für die Presslingsdruckfestigkeit, SVP Nr. 2

Normality Test: Passed (P = 0,065)

Constant Variance Test: Passed (P = 0,359)

Power of performed test with alpha = 0,050: 1,000

=====

Regression Diagnostics:

=====

Row	Predicted	Residual	Std. Res.	Stud. Res.	Stud. Del. Res.
1	57,229	-0,543	-0,505	-1,046 <	-1,059 <
2	57,311	0,233	0,217	0,449	0,410
3	65,416	0,731	0,679	1,407 <	1,619 <
4	62,410	-0,456	-0,424	-0,878	-0,854
5	55,438	0,179	0,166	0,344	0,312
6	53,894	-1,008	-0,937	-1,940 <	-3,489 <
7	65,686	-0,510	-0,474	-0,982 <	-0,978 <
8	61,053	0,266	0,247	0,512	0,470
9	63,417	0,0373	0,0346	0,0532	0,0476
10	60,653	0,714	0,663	1,018 <	1,023 <
11	55,537	0,856	0,795	1,222 <	1,305 <
12	64,867	-0,106	-0,0985	-0,151	-0,136
13	62,143	-0,0446	-0,0414	-0,0630	-0,0563
14	60,270	0,827	0,769	1,168 <	1,226 <
15	62,418	-1,174	-1,091	-1,440 <	-1,683 <

=====

Influence Diagnostics:

=====

Row	Cook's Dist.	Leverage	DFFITS
1	0,360	0,767	-1,920
2	0,0663	0,767	0,743
3	0,651	0,767	2,936 <
4	0,254	0,767	-1,549
5	0,0390	0,767	0,565
6	1,238	0,767	-6,329 <
7	0,317	0,767	-1,773
8	0,0861	0,767	0,853
9	0,000384	0,576	0,0555
10	0,141	0,576	1,192
11	0,203	0,576	1,523
12	0,00312	0,576	-0,158
13	0,000520	0,567	-0,0645
14	0,179	0,567	1,403
15	0,154	0,426	-1,449

Anlage 27 : SygmaSTAT – Protokoll nichtlinearer Regressionsanalyse für die Presslingsdruckfestigkeit, SVP Nr. 2 (Fortsetzung)

Mathematisch-statistisches Modell

für das Kompaktierprozess des Kalisalzes (Sylvin Rot [USA], mit der SNM aktiviert)
mit der hydraulischen Stempelpresse

$$\left\{ \begin{aligned} y_1 = \sigma_p(\vartheta_p, p, t_p) &= 14,908 + 0,189\vartheta_p + 0,527p + 0,950t_p - 0,001\vartheta_p p - 0,008\vartheta_p t_p + 0,007t_p p - 0,0004\vartheta_p^2 - 0,001p^2 - 0,194t_p^2; \\ y_2 = \rho_{\text{Roh}}(\vartheta_p, p, t_p) &= 1,912 - 0,0014\vartheta_p + 0,0015p - 0,0190t_p + 0,00001\vartheta_p p + 0,0001t_p p + 0,0000001\vartheta_p^2 - 0,00001p^2 + 0,0001t_p^2; \\ y_3 = \sigma_{\text{biege}}(\vartheta_p, p, t_p) &= -1,274 - 0,0001\vartheta_p + 0,095p + 0,117t_p + 0,00007\vartheta_p p - 0,0006\vartheta_p t_p + 0,004t_p p - 0,0003\vartheta_p^2 - 0,0007p^2 - 0,065t_p^2. \end{aligned} \right.$$

σ_p - Presslingsdruckfestigkeit, [MPa]
 ρ_{Roh} - Presslingsrohdi chte, [g/cm³]
 σ_{biege} - Presslingsbiegefestigkeit, [MPa]

ϑ_p - Presstemperatur, [°C]
 p - Pressdruck, [MPa]
 t_p - Pressdauer, [s]

Versuchs- Nr.	Mittelwerte der Zielgröße			Matrixteil	Planmatrix				
	Antwortmatrix				x ₁ ϑ _p [°C]	x ₂ p [MPa]	x ₃ h [mm]	x ₄ v _{um} [m/s]	x ₅ s _R [mm]
	y ₁ ψ ₂₋₄ [%]	y ₂ R _{0,5} [%]	y ₃ ψ ₁₋₄ [%]						
1	17,9	60,10	25,9	Würfelpunktversuche (N _{E1})	91,20	94,90	11,9	12,8	8
2	9,6	17,64	14,8		128,80	94,90	11,9	12,8	8
3	15,0	37,38	21,9		91,20	145,10	11,9	12,8	8
4	17,7	44,30	25,1		128,80	145,10	11,9	12,8	8
5	6,9	18,58	11,0		91,20	94,90	18,1	12,8	8
6	12,4	30,72	18,7		128,80	94,90	18,1	12,8	8
7	14,5	48,68	21,6		91,20	145,10	18,1	12,8	8
8	14,2	37,70	21,0		128,80	145,10	18,1	12,8	8
9	7,8	29,04	13,0		91,20	94,90	11,9	22,2	8
10	7,8	38,36	12,8		128,80	94,90	11,9	22,2	8
11	10,8	48,86	17,3		91,20	145,10	11,9	22,2	8
12	15,3	60,86	24,4		128,80	145,10	11,9	22,2	8
13	5,5	27,14	9,5		91,20	94,90	18,1	22,2	8
14	9,7	37,86	15,5		128,80	94,90	18,1	22,2	8
15	10,0	48,36	15,9		91,20	145,10	18,1	22,2	8
16	14,1	55,32	21,8		128,80	145,10	18,1	22,2	8
17	9,1	32,02	13,8		91,20	94,90	11,9	12,8	12
18	7,3	15,85	11,9		128,80	94,90	11,9	12,8	12
19	13,4	59,92	19,1		91,20	145,10	11,9	12,8	12
20	11,5	34,92	16,6		128,80	145,10	11,9	12,8	12
21	9,4	29,00	14,3		91,20	94,90	18,1	12,8	12
22	9,5	18,62	14,0		128,80	94,90	18,1	12,8	12
23	12,1	48,74	17,7		91,20	145,10	18,1	12,8	12
24	11,2	31,50	17,0		128,80	145,10	18,1	12,8	12
25	10,6	54,54	16,4		91,20	94,90	11,9	22,2	12
26	7,3	34,72	11,2		128,80	94,90	11,9	22,2	12
27	13,9	65,22	20,9		91,20	145,10	11,9	22,2	12
28	13,0	58,14	19,8		128,80	145,10	11,9	22,2	12
29	6,3	41,96	10,7		91,20	94,90	18,1	22,2	12
30	6,9	23,74	11,4		128,80	94,90	18,1	22,2	12
31	7,8	31,48	12,3		91,20	145,10	18,1	22,2	12
32	14,5	56,64	21,7		128,80	145,10	18,1	22,2	12
33	8,8	30,66	13,7	Sternpunktversuche (α=1,596)	80	120	15	17,50	10
34	11,9	42,68	18,3		140	120	15	17,50	10
35	6,7	35,80	10,7		110	80	15	17,50	10
36	13,5	44,90	20,7		110	160	15	17,50	10
37	14,1	55,54	20,9		110	120	10	17,50	10
38	11,6	51,92	18,2		110	120	20	17,50	10
39	11,8	35,80	17,5		110	120	15	10	10
40	10,4	53,88	16,7		110	120	15	25	10
41	14,2	48,02	21,7		110	120	15	17,50	7
42	12,9	49,12	19,9		110	120	15	17,50	13
43	13,2	44,88	20,0	N ₀	110	120	15	17,50	10
					Summe				
					Summe d. Quadrate				
					y ₁				
					y ₂				
					y ₃				

Anlage 29 : Statistischer Versuchsplan (SVP Nr. 3) – Matrix

Anlage 30 : Statistischer Versuchsplan (SVP Nr. 3) – Matrix (Fortsetzung)

Versuchs-Nr.	Press-versuchs-Nr.	Mittelwerte der Zielgröße		Planmatrix				
		Antwortmatrix		x ₁ θ _p [°C]	x ₂ p [MPa] (Digital-anzeiger)	x ₃ h _p [mm]	x ₄ v _{um} [m/s]	x ₅ s _R [mm]
		y ₁ ψ ₂₋₄ [%]	y ₂ R _{0,5} [%]					
1	10	17,9	60,10	91,20	94,9 (55,2)	11,9	12,8	8
2	26	9,6	17,64	128,80	94,9 (55,2)	11,9	12,8	8
3	11	15,0	37,38	91,20	145,1 (66,3)	11,9	12,8	8
4	27	17,7	44,30	128,80	145,1 (66,3)	11,9	12,8	8
5	14	6,9	18,58	91,20	94,9 (55,2)	18,1	12,8	8
6	30	12,4	30,72	128,80	94,9 (55,2)	18,1	12,8	8
7	15	14,5	48,68	91,20	145,1 (66,3)	18,1	12,8	8
8	31	14,2	37,70	128,80	145,1 (66,3)	18,1	12,8	8
9	12	7,8	29,04	91,20	94,9 (55,2)	11,9	22,2	8
10	28	7,8	38,36	128,80	94,9 (55,2)	11,9	22,2	8
11	13	10,8	48,86	91,20	145,1 (66,3)	11,9	22,2	8
12	29	15,3	60,86	128,80	145,1 (66,3)	11,9	22,2	8
13	16	5,5	27,14	91,20	94,9 (55,2)	18,1	22,2	8
14	32	9,7	37,86	128,80	94,9 (55,2)	18,1	22,2	8
15	17	10,0	48,36	91,20	145,1 (66,3)	18,1	22,2	8
16	33	14,1	55,32	128,80	145,1 (66,3)	18,1	22,2	8
17	2	9,1	32,02	91,20	94,9 (55,2)	11,9	12,8	12
18	18	7,3	15,85	128,80	94,9 (55,2)	11,9	12,8	12
19	3	13,4	59,92	91,20	145,1 (66,3)	11,9	12,8	12
20	19	11,5	34,92	128,80	145,1 (66,3)	11,9	12,8	12
21	6	9,4	29,00	91,20	94,9 (55,2)	18,1	12,8	12
22	22	9,5	18,62	128,80	94,9 (55,2)	18,1	12,8	12
23	7	12,1	48,74	91,20	145,1 (66,3)	18,1	12,8	12
24	23	11,2	31,50	128,80	145,1 (66,3)	18,1	12,8	12
25	4	10,6	54,54	91,20	94,9 (55,2)	11,9	22,2	12
26	20	7,3	34,72	128,80	94,9 (55,2)	11,9	22,2	12
27	5	13,9	65,22	91,20	145,1 (66,3)	11,9	22,2	12
28	21	13,0	58,14	128,80	145,1 (66,3)	11,9	22,2	12
29	8	6,3	41,96	91,20	94,9 (55,2)	18,1	22,2	12
30	24	6,9	23,74	128,80	94,9 (55,2)	18,1	22,2	12
31	9	7,8	31,48	91,20	145,1 (66,3)	18,1	22,2	12
32	25	14,5	56,64	128,80	145,1 (66,3)	18,1	22,2	12
33	43	8,8	30,66	80	120 (60,80)	15,0	17,5	10,0
34	44	11,9	42,68	140	120 (60,80)	15,0	17,5	10,0
35	34	6,7	35,80	110	80 (51,90)	15,0	17,5	10,0
36	35	13,5	44,90	110	160 (69,60)	15,0	17,5	10,0
37	41	14,1	55,54	110	120 (60,80)	10,0	17,5	10,0
38	42	11,6	51,92	110	120 (60,80)	20,0	17,5	10,0
39	36	11,8	35,80	110	120 (60,80)	15,0	10,0	10,0
40	37	10,4	53,88	110	120 (60,80)	15,0	25,0	10,0
41	38	14,2	48,02	110	120 (60,80)	15,0	17,5	7,0
42	39	12,9	49,12	110	120 (60,80)	15,0	17,5	13,0
43	40	13,2	44,88	110	120 (60,80)	15	18	10,0

Anlage 31 : Versuchsplantabelle SVP Nr. 3

Mathematisch-statistisches Komplexmodell

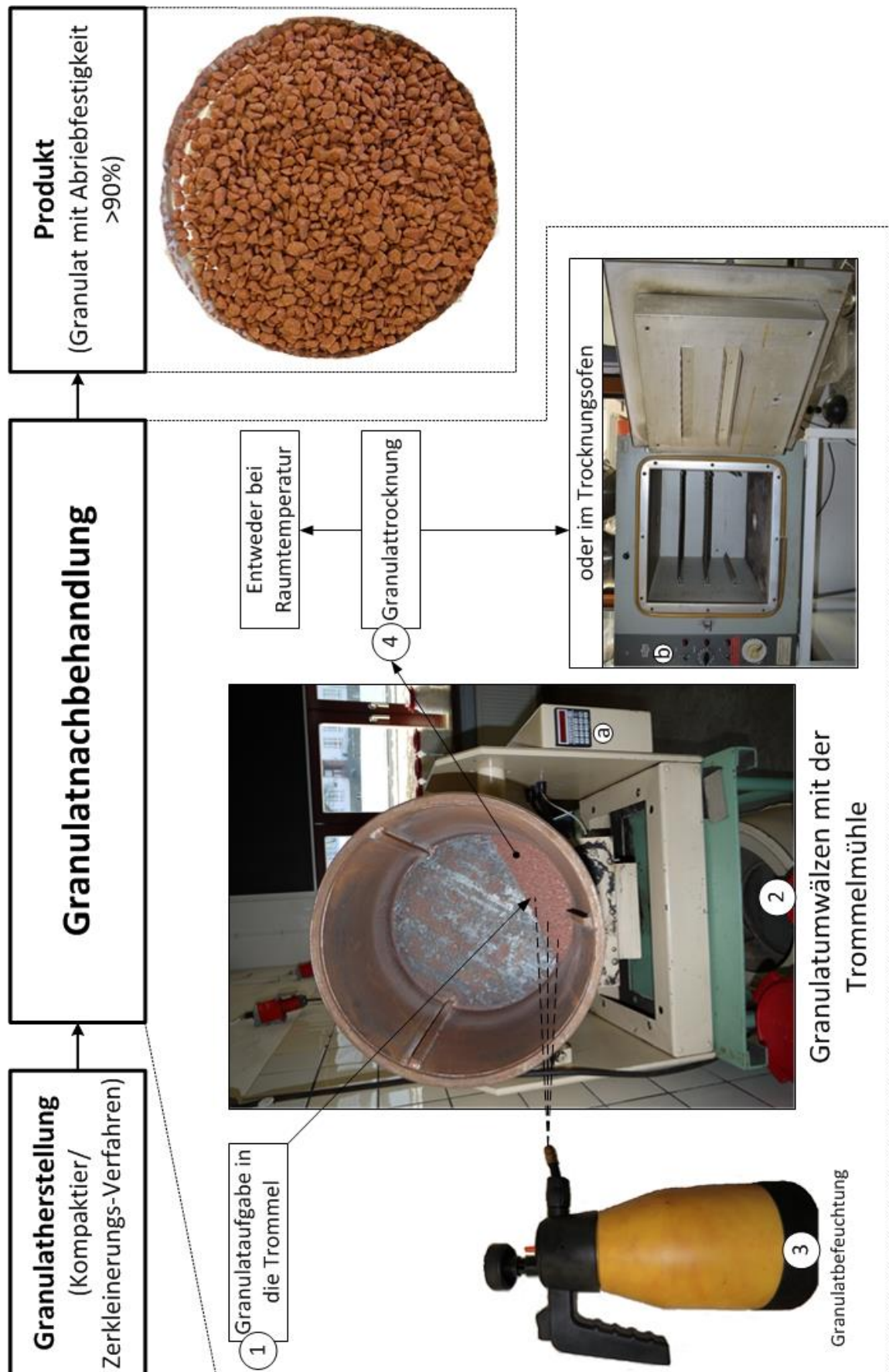
für die Prozesse Kompaktierung und Zerkleinerung des Kalisalzes (Sylvin rot [USA])

$$\begin{aligned}
 \mathcal{Y}_1 &= \Psi_{2-4}(\mathcal{G}_p, p, h_p, v_{um}) = 36,0231 + 0,1382\mathcal{G}_p + 0,2807p - 2,7339h_p - 1,3010v_{um} - 3,3876s_R + 0,0011\mathcal{G}_p p + 0,0156\mathcal{G}_p h_p + \\
 &\quad + 0,0074\mathcal{G}_p v_{um} - 0,0114\mathcal{G}_p s_R - 0,00006ph_p + 0,0027pv_{um} - 0,0019ps_R - 0,0008h_p v_{um} + 0,0314h_p s_R + 0,0799v_{um}s_R - \\
 &\quad - 0,0023\mathcal{G}_p^2 - 0,0014p^2 + 0,0185h_p^2 - 0,0229v_{um}^2 + 0,1313s_R^2, \\
 \mathcal{Y}_2 &= R_{0,5}(\mathcal{G}_p, p, h_p, v_{um}) = -82,4949 + 1,7838\mathcal{G}_p + 0,9289p - 8,3778h_p - 2,2678v_{um} + 9,1675s_R + 0,0043\mathcal{G}_p p + 0,0431\mathcal{G}_p h_p + \\
 &\quad + 0,0432\mathcal{G}_p v_{um} - 0,0777\mathcal{G}_p s_R + 0,0014ph_p + 0,0045pv_{um} + 0,0087ps_R - 0,0615h_p v_{um} - 0,2094h_p s_R + 0,1500v_{um}s_R - \\
 &\quad - 0,0137\mathcal{G}_p^2 - 0,0054p^2 + 0,1893h_p^2 - 0,0740v_{um}^2 - 0,0591s_R^2, \\
 \mathcal{Y}_3 &= \Psi_{1-4}(\mathcal{G}_p, p, h_p, v_{um}) = 41,1414 + 0,2600\mathcal{G}_p + 0,4063p - 3,4818h_p - 1,5106v_{um} - 4,6042s_R + 0,0017\mathcal{G}_p p + 0,0214\mathcal{G}_p h_p + \\
 &\quad + 0,0102\mathcal{G}_p v_{um} - 0,0163\mathcal{G}_p s_R - 0,0005ph_p + 0,0048pv_{um} - 0,0040ps_R - 0,0068h_p v_{um} + 0,0486h_p s_R + 0,0992v_{um}s_R - \\
 &\quad - 0,0035\mathcal{G}_p^2 - 0,0021p^2 + 0,0175h_p^2 - 0,0358v_{um}^2 + 0,1900s_R^2, \\
 \mathcal{Y}_4 &= \Psi_{>4}(\mathcal{G}_p, p, h_p, v_{um}) = -13,0063 + 0,4609\mathcal{G}_p + 0,6503p - 3,1775h_p - 2,8524v_{um} + 2,1352s_R + 0,0010\mathcal{G}_p p + 0,0237\mathcal{G}_p h_p + \\
 &\quad + 0,0120\mathcal{G}_p v_{um} - 0,0125\mathcal{G}_p s_R - 0,0012ph_p + 0,0007pv_{um} + 0,0200ps_R + 0,0111h_p v_{um} - 0,0476h_p s_R - 0,1278v_{um}s_R - \\
 &\quad - 0,0047\mathcal{G}_p^2 - 0,0034p^2 + 0,0162h_p^2 + 0,0463v_{um}^2 + 0,1242s_R^2.
 \end{aligned}$$

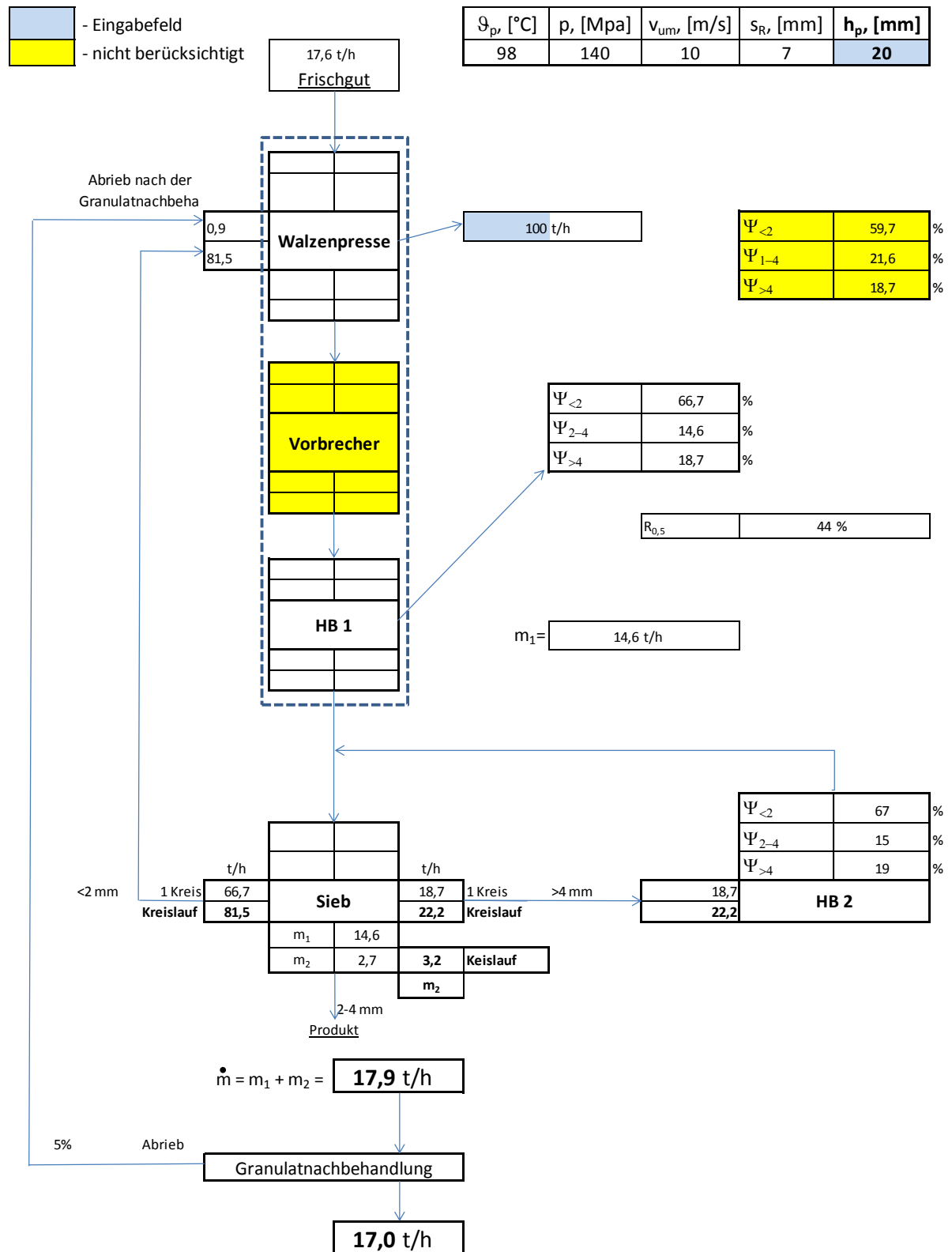
$\Psi_{2,4}$ - Masseanteil der Granulatfraktion 2 bis 4 mm, [%]
 $R_{0,5}$ - Abriebfestigkeitswert, bestimmt mit Prüfsieb der Maschenweite 0,5 mm, [-]
 $\Psi_{1,4}$ - Masseanteil der Granulatfraktion 1 bis 4 mm, [%]
 $\Psi_{>4}$ - Masseanteil der Granulatfraktion > 4 mm, [%]

\mathcal{G}_p - Presstemperatur, [°C]
 p - Pressdruck, [MPa]
 h_p - Presslingshöhe, [mm]
 v_{um} - Umfanggeschwindigkeit, [m/s]
 s_R - Rostspalt, [mm]

Nonlinear Regression		Montag, November 29, 2010, 11:53:46
Data source: Data 5 in Regressionsanalyse SVP_3		
Granulatausbeute 2 bis 4 mm		
[Parameters]		
b0=37,60000; b1=0,14500		
b2=0,28100; b3=-2,74000		
b4=-1,36000; b5=-3,40000		
b12=0,00113; b13=0,01540		
b14=0,00736; b15=-0,01220		
b23=-0,000558; b24=0,00265		
b25=-0,00199; b34=-0,000849		
b35=0,03290; b45=0,08490		
b11=-0,00225; b22=-0,00142		
b33=0,01890; b44=-0,02270		
b55=0,13000		
[Variables]		
y=col(1)		
x1=col(2)		
x2=col(3)		
x3=col(4)		
x4=col(5)		
x5=col(6)		
[Equation]		
f=b0+b1*x1+b2*x2+b3*x3+b4*x4+b5*x5+b12*x1*x2+b13*x1*x3+		
+b14*x1*x4+b15*x1*x5+b23*x2*x3+b24*x2*x4+b25*x2*x5+b34*x3*		
*x4+b35*x3*x5+b45*x4*x5+b11*x1^2+b22*x2^2+b33*x3^2+b44*x4^2+		
+b55*x5^2		
fit f to y		
[Constraints]		
[Options]		
iterations=100		
stepsize=100		
tolerance=.00001		
R = 0,903	Rsq = 0,815	Adj Rsqr = 0,647
Standard Error of Estimate = 1,853		
Coefficient	Std. Error	t
b0	36,023	0,981
b1	0,138	0,385
b2	0,281	1,195
b3	-2,734	-1,443
b4	-1,301	-1,196
b5	-3,388	-1,055
b12	0,00113	1,624
b13	0,0156	2,769
b14	0,00736	1,986
b15	-0,0114	-1,314
b23	-0,000551	-0,131
b24	0,00265	0,956
b25	-0,00185	-0,284
b34	-0,000809	-0,0360
b35	0,0314	0,594
b45	0,0799	2,292
b11	-0,00227	-1,555
b22	-0,00143	-1,745
b33	0,0185	0,350
b44	-0,0229	-0,982
b55	0,131	0,943
Analysis of Variance:		
Regression	SS 332,891	MS 16,645
Residual	SS 75,533	MS 3,433
Total	SS 408,424	MS 9,724
Normality Test: Failed (P = 0,036)		
Constant Variance Test: Passed (P = 0,728)		
Power of performed test with alpha = 0,050: 1,000		



Anlage 34 : Verfahrensschema für die Granulatnachbehandlung



Anlage 35 : Iterationsprozedur für die Massenstromberechnung bei der Kalisalzgranulatherstellung (Beispiel $h_p = 20$ mm)

ANHANG A

Korngrößenanalyse

Bei der Siebanalyse wird eine bestimmte Menge des zu untersuchenden Gutes durch ein oder mehrere Siebe in Fraktionen getrennt, und es werden deren Massenanteile ermittelt und als Kornverteilungskurve dargestellt [1, 3]. Die Siebanalyse wird mit Hilfe der Siebmaschine Retsch VE 1000 (siehe Abbildung 0-1) durchgeführt. Jede Versuchssprobe wird 10 bis 20 Minuten lang mit einer Frequenz von 50 Hz und einer Amplitude von 0,8 abgesiebt. Zur Teilung in definierte Fraktionen muss ein Siebturm bestehend aus den benötigten Sieben aufgestellt werden.



Abbildung 0-1 : Siebmaschine Retsch VE 1000 [45]

Feuchtigkeitsbestimmung

In Rahmen dieser Arbeit wird die Feuchtigkeit des Aufgabegutes mit Hilfe des elektronischen automatischen Feuchtebestimmers Modell MA35 (siehe Abbildung 0-2) von der Firma Sartorius ermittelt.



Abbildung 0-2 : Feuchtebestimmer M35 Sartorius [45]

REM-Analyse

Für die Aufnahme (mit Vergrößerung: 30×, 100×, 300×, 500×, 1000×) der Kornoberflächen des Aufgabegutes und zur Charakterisierung der Elementzusammensetzung für die Körner wird das Rasterelektronenmikroskop (Institut für Keramik, Glas- und Baustofftechnik, TU Bergakademie Freiberg) verwendet. Die Bestimmung der Elementzusammensetzung

für die Testprobe ist möglich, wenn ein Elektron des Elektronenstrahls im Atom der Probe ein kernnahes Elektron aus seiner Position schlägt. Diese Lücke wird sofort von einem energiereicheren Elektron aus einem höheren Orbital aufgefüllt. Die Energiedifferenz wird in Form eines Röntgenquants frei. Die dadurch entstandene Röntgenstrahlung ist charakteristisch für den Übergang des Atoms, also des Elementes [9].

Röntgenphasenanalyse

Die qualitative und quantitative Röntgenphasenanalyse der gepulverten Proben wird mit dem Röntgendiffraktometersystem URD-6 (Seifert-FPM), das mit Co-K α -Strahlung und einer automatischen Divergenzblende arbeitet, durchgeführt. Gemessen wird der Winkelbereich 5-80 ° Θ im Stepscan-Verfahren mit 0.03° Schrittweite, 5 sec Zählzeit je Schritt. Die Auswertung wird mit dem Programm Analyze (Seifert-FPM) unter der Verwendung der Datenbank PDF-2, Aus-

gabe 2009 erstellt. Die Quantifizierung wird mit dem Rietveld-Verfahren (Programm BGMN/AUTOQUAN) auf der Basis veröffentlichter Kristallstrukturdaten durchgeführt. Die Röntgenphasenanalyse wurde im Institut für Mineralogie, TU Bergakademie Freiberg, realisiert.

Chemische Analyse

Das Probenmaterial liegt pulverisiert mit einem Korndurchmesser von $< 63 \mu\text{m}$ und getrocknet vor. Aus jeweils 10 g werden unter Zusatz von 2 g Bindemittel (Hoechst-Wachs C) Presstabletten (40 mm Ø) hergestellt. Diese werden in einem wellenlängendispersiven Röntgenfluoreszenzspektrometer S8 Tiger von Bruker AXS, Karlsruhe, analysiert. Das Spektrometer verfügt über eine 4-kW-Endfenster-Röhre mit Rhodium-Target. Die Analysen werden im Vakuum bei konstanter Rotationsgeschwindigkeit mit 34-mm-Masken sowie mit einem vorkalibrierten Scan-Programm (QuantExpress, Bruker AXS, 15 min Analysendauer je Probe) und mit einem kalibrierten Programm (> 90 silikatische Standards, 41 Linien, Analysendauer > 60 min) durchgeführt. Die Scan-Analysen hatten ergeben, dass die Matrices dazu geeignet sind. Zur Auswertung unter Berücksichtigung von Sekundäreffekten (Massenschwächungskoeffizienten) wird die Software SPECTRAplus von Bruker AXS verwendet. Die chemische Analyse wurde im Institut für Mineralogie, TU Bergakademie Freiberg realisiert.

Stereomikroskopaufnahme

Um hochauflösende Fotos vom Salz, Presslinge und Granulat zu erhalten, wird ein Stereomikroskop benutzt. Es wird mit dem Stereomikroskop SteREO Discovery V12 vom Hersteller Carl Zeiss (Institut für Geologie, TU Bergakademie Freiberg) gearbeitet.

Kornhärtebestimmung

Die Kornhärte ist eine wichtige Einflussgröße für den Kompaktierprozess, da von ihr die Verdichtbarkeit des Partikelkollektives unter der Einwirkung eines äußeren Pressdrucks abhängt.

Vom Aufgabegut werden Anschliffe gefertigt und mit Hilfe eines Mikrohärteprüfers HMV-2000 der Firma Shimadzu für die einzelnen im Gefüge vorhandenen Minerale die Vickershärte bestimmt (siehe Abbildung 0-3). Bei diesem Verfahren wird eine regelmäßige Diamantpyramide mit quadratischer Grundfläche und einem Flächenwinkel von 136° mit einer Prüf-



Abbildung 0-3: Mikrohärteprüfer HMV-2000 [43]

kraft F senkrecht auf die glatte, ebene Oberfläche der Probe gedrückt. Die Einwirkdauer der

Prüfkraft beträgt 15 s. Nach der Entlastung werden die Diagonalen d_1 und d_2 (siehe Abbildung 0-4) ausgemessen, und die Härte wird aus dem Quotienten von Prüfkraft und Eindruckoberfläche errechnet (Gleichung 30) [7]. Zur statistischen Absicherung wurden je Phase 30 Eindrücke ausgewertet.

$$HV = 0,102 \frac{2F \sin \frac{\alpha_p}{2}}{d_v^2} \approx 0,1891 \frac{F}{d^2} \quad (30)$$

HV – Vickershärte in N/mm^2

α_p – Winkel zwischen gegenüberliegenden Flächen des pyramidenförmigen Eindringkörpers (136°)

F – Prüfkraft in N

d_v – Arithmetischer Mittelwert der beiden Diagonalenlängen d_1 und d_2 (siehe Abbildung 0-4) in mm

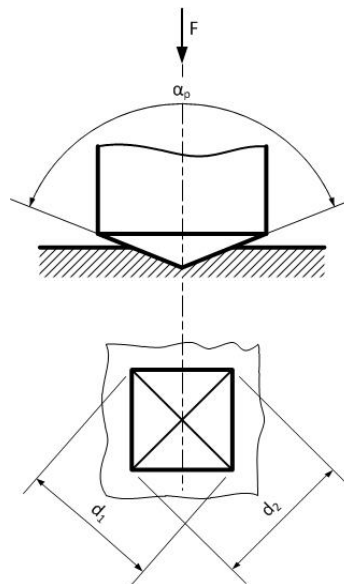


Abbildung 0-4 : Prüfprinzip nach Vickersmethode

Druckfestigkeit

Die Zerkleinerungseigenschaften der Presslinge korrelieren mit ihren Festigkeitsmerkmalen. Bei industriell hergestellten Kalisalzpresslingen (Folien) streuen die Druck- und Biegefestigkeitswerte wegen schwankender Presslingshöhe sowie infolge der Oberflächenprofilierung stark. Um den Einfluss der Presslingsfestigkeit auf die Granulatausbeute und Granulatfestigkeit zuverlässig zu ermitteln, bearbeitet man deshalb die Folien zu regelmäßigen Prüfformkörpern oder man stellt solche mit einer hydraulischen Stempelpresse her, damit genormte Festigkeitsuntersuchungen durchführbar sind. Druckprobekörper werden zentrisch auf den Prüfstempel einer Prüfmaschine aufgelegt. Eine gleichmäßig verteilte Last wird fortlaufend bis zum Bruch erhöht [6]. Für die

Bestimmung der Druckfestigkeit werden das Mehrfunktions-Prüfgeräte vom Hersteller Hege-



Abbildung 0-5 : Mehrfunktions-Prüfstand für die Bestimmung der Druck-, Biege- und Zugfestigkeit [45]
wald & Peschke, Meß- und Prüftechnik GmbH (siehe Abbildung 0-5) genutzt.

Biegefestigkeit

Ein definierter Prüfkörper wird auf zwei Biegeauflager gesetzt und in der Mitte zunehmend belastet. Die Bruchlast wird gemessen und die Biegefestigkeit berechnet [5]. Die Berechnung der Biegefestigkeit wird mit der Software des Prüfstandes (siehe Abbildung 0-5) realisiert.

Rohdichtebestimmung nach Archimedischem Prinzip

Die Rohdichte ist ein integrales Merkmal für den Zustand des Presslingsverbundes. Typischerweise existiert nahezu für alle Materialien eine straffe Korrelation zwischen Festigkeitsmerkmalen des Kompaktats und Rohdichte. Die Rohdichte kann deshalb als Ersatzkenngröße für die Festigkeit verwendet werden, wenn letztere schwer oder nicht bestimmbar ist. Sie wird auch als Vergleichsgröße für die Ergebnisse verschiedener Kompaktiermethoden verwendet.

In dieser Arbeit wird die Rohdichte nur für das Zwischenprodukt (Presslinge) ermittelt. Dafür wird das archimedische Prinzip (Ölbad) genutzt. Es werden Presslingsbruchstücke, die beim Biegeversuch anfallen, geprüft. Zur Berechnung der Rohdichte werden folgende Daten erfasst:

ρ_f – Dichte der Flüssigkeit, die zur Dichtebestimmung verwendet wird,

m_1 – Gewicht des Presslings an der Luft,

m_2 – Gewicht des Presslings an der Luft, nachdem es in der Flüssigkeit getränkt und so

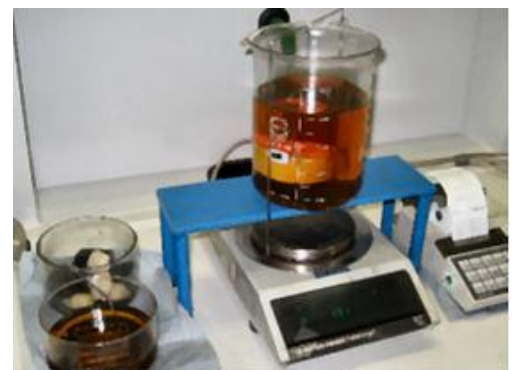


Abbildung 0-6 : Gerät zur Dichtebestimmung [20]

die Poren mit Flüssigkeit ausgefüllt und verschlossen wurden,

m_3 – Gewicht des Presslings in der Flüssigkeit.

Durch Einsetzen der so gemessenen Werte in die Gleichung 31

$$\rho_{\text{Pressling}} = \rho_f \times \frac{m_1}{m_2 - m_3} \quad (31)$$

erhält man die Rohdichte des Presslings. Für die Realisierung dieses Verfahrens wurde ein Eigenbau-Gerät (siehe Abbildung 0-6) der Firma Köppern GmbH und Co. KG (Technologiezentrum Freiberg) verwendet.

Abriebtest

Kaligranulat muss eine ausreichende Abriebfestigkeit aufweisen, damit es beim Transport und Ausbringen auf das Feld nicht zu stark staubt und stets konstante Handlingseigenschaften aufweist. Zur Bestimmung der Abriebfestigkeit von Kaligranulat wird die sogenannte Kali-Methode verwendet. Danach werden 50 g Granulat der Korngröße 2 bis 3,15 mm zusammen mit 70 Stahlkugeln (Ø10 mm) auf ein Prüfsieb gegeben und durch eine Siebmaschine 10 Minuten lang in ellipsenförmig Bewegung (siehe Abbildung 0-7) gebracht. Nach dem Beanspruchungsvorgang des Materials werden der Siebdurchgang und das noch verbleibende Überkorn gewogen und mit dem Anfangsgewicht von 50 g ins Verhältnis gesetzt. Der Abriebfestigkeitswert ist der prozentuale Masseanteil des Überkorns. In Tabelle 0-1 sind alle Parameter und verwendeten Geräte zur Bestimmung der Abriebfestigkeit nach der Kali-Methode aufgelistet. Standardgemäß wird der Abriebtest zweimal durchgeführt und der Abriebfestigkeitswert durch Mittelwertbildung be-



Abbildung 0-7 : Gesamte Abriebtestvorrichtung (links) und Prüfsieb mit Stahlkugeln (rechts)
[20]

stimmt. Durch dieses Vorgehen soll eine höhere Testgenauigkeit erreicht werden. Sind starke Unterschiede zwischen den zwei Teilwerten zu finden, so sind möglicherweise Fehler bei der Testdurchführung die Ursache.

Tabelle 0-1 : Parameter und verwendete Geräte des Abriebtestes

Granulatgröße	2-3,15 mm
Eingesetzte Menge	50 g
Anzahl, Durchmesser und Gesamtgewicht der Stahlkugeln	70 Kugeln, Ø 10 mm, circa 285 g
Testvorrichtung	LAVIB
Siebvorrichtung	St2/52
Analysesieb nach	DIN 4188
Siebdurchmesser	200 mm
Siebmaschenweite	0,5 mm
Siebdauer	10 min
Antriebsdrehzahl	270 min ⁻¹